



Controlo da qualidade: gestão de equipamentos e auditorias a métodos de ensaio, num laboratório alimentar

Olívia Manuela Rodrigues Castro

Mestrado em Tecnologia e Ciência Alimentar

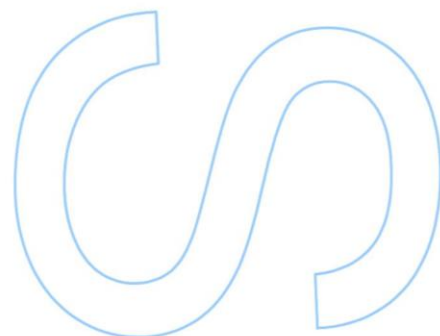
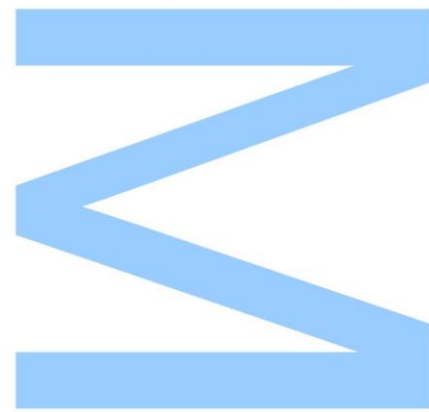
Departamento Química e Bioquímica e Departamento de Engenharia Biológica
2016

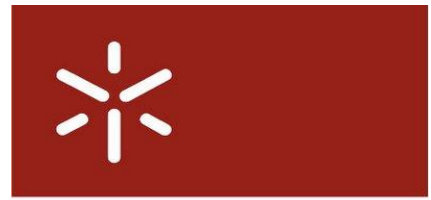
Orientador (Faculdade)

Nuno Filipe da Cruz Baptista Mateus, Professor Associado,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

Orientador (Empresa)

André Oliveira, Engenheiro Alimentar,
Silliker Portugal S.A.





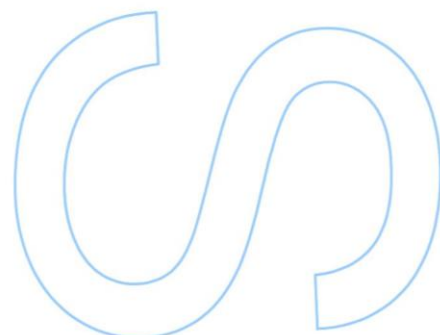
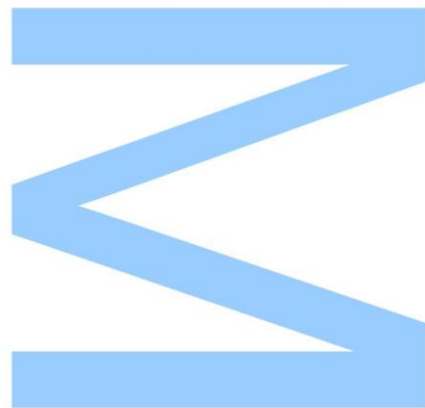
Universidade do Minho



Todas as correções determinadas
pelo júri, e só essas, foram efetuadas.

O Presidente do Júri,

Porto, ____/____/____



Agradecimentos

Ao longo deste percurso são muitas as pessoas que fizeram com que eu o tornasse numa experiência enriquecedora para o meu futuro. Gostaria de agradecer a cada uma dessas pessoas o seu contributo e também a sua transmissão de conhecimentos.

Em primeiro lugar gostaria de agradecer ao Eng.º André Oliveira e à Liliana Silva por todo o apoio, simpatia, amizade que demonstraram e acima de tudo todos os conhecimentos que me passaram e conselhos que me deram para que pudesse atingir os meus objetivos no estágio.

À Dr.ª Alice Santos pela oportunidade que me deu para realizar este estágio e pela ajuda que me deu e pelos conhecimentos que me passou.

Ao Prof. Doutor Nuno Mateus pelo apoio que me deu ao longo da realização deste estágio.

A todos os colaboradores da *Silliker* que também fizeram parte deste meu percurso, por toda a simpatia e ajuda.

Aos meus pais por estarem sempre presentes no meu percurso académico, por toda a força e apoio que me deram, e ao meu irmão que, embora ausente, teve sempre uma palavra de carinho e apoio, como se estivesse presente.

À Isabel Gonçalves pela grande amizade que criamos, pelo apoio e interajuda que fizeram com que tivesse mais motivação em conseguir os meus objetivos.

Ao Duarte pela motivação, força e apoio que me deu para concluir esta etapa.

Resumo

O estágio curricular foi realizado na *Silliker Portugal S.A*, pertencente ao grupo Mérieux NutriSciences, uma empresa independente de prestação de serviços ao setor agroalimentar que são, hoje em dia, muito importantes na segurança e na qualidade alimentar. O estágio teve duração de 9 meses, com início a outubro de 2015 e final a junho de 2016.

O objetivo do estágio foi a realização de auditorias técnicas a métodos de ensaio acreditados e não acreditados, passando também um pouco pela gestão de equipamentos. A *Silliker Portugal S.A*. é um laboratório acreditado segundo a norma ISO/IEC 17025 e as análises executadas pela empresa estão sujeitas a um rigoroso controlo de qualidade. Este controlo de qualidade passa pela presença de critérios específicos que são necessários para cumprir com a obtenção da acreditação do laboratório e também na obtenção da acreditação de um método de ensaio. Um dos componentes que afetam um resultado de um ensaio é a boa gestão de equipamentos.

A gestão de equipamentos tem um papel fundamental nos laboratórios acreditados, dado que estes influenciam diretamente a qualidade dos resultados. Os equipamentos antes de entrarem ao serviço devem ter definidos os respetivos erros máximos aceitáveis, de acordo com os requisitos das normas de ensaios ou as especificações dadas pelo fabricante. Para tal, é exigido um plano de calibração adequado, sendo que os equipamentos que tenham um impacto significativo na qualidade dos resultados são sujeitos à realização de uma calibração externa por entidades competentes.

Além das calibrações externas, o laboratório realiza verificações intermédias de modo a controlar e verificar o estado do equipamento para a sua correta utilização. Nos equipamentos de medição e monitorização de temperatura o controlo é crucial, pois têm um impacto no resultado final de um ensaio, como os frigoríficos. Os frigoríficos são importantes pois são utilizados para o armazenamento de amostras, padrões e soluções e as suas temperaturas têm de ser controladas. Cada frigorífico tem associado uma sonda de trabalho, que é verificada anualmente recorrendo a uma sonda de referência, calibrada externamente. As cartas de controlo desempenham um papel importante neste controlo, registando diariamente a temperatura inicial e final de utilização.

As auditorias internas são extremamente importantes no âmbito do controlo de qualidade alimentar e são realizadas periodicamente de maneira a averiguar se as atividades realizadas satisfazem os requisitos do sistema de gestão e da norma ISO/IEC 17025. Através de uma auditoria técnica, ou de auditoria de primeira parte, é possível

verificar se o procedimento é seguido pela analista e rastrear todos os aspetos inerentes a esse método, assim como as participações em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI), o controlo metrológico (equipamentos) e/ou a utilização de *daily process control samples* (DPCS).

Ao longo deste estágio foram realizadas 17 auditorias técnicas a métodos de ensaio acreditados e não acreditados realizados pelo laboratório de química clássica e no laboratório de métodos instrumentais de análise. No laboratório de química clássica foram auditados métodos relativos à determinação da água de vidragem, peso escorrido e peso líquido, do teor de cloretos em produtos de pesca e em manteigas, da matéria gorda em queijos, leites em pó e produtos lácteos em pó, leites, iogurtes e alimentos para animais, da acidez total em manteigas, do teor de azoto em cereais e leguminosas através do método de *Kjeldahl*, do teor de cinza em manteigas e de cinza bruta em alimentos para animais. No laboratório de métodos instrumentais de análise foram auditados apenas dois métodos, o método de determinação de vitamina C e de determinação de ácido ascórbico e de ácido sórbico por cromatografia líquida de alta resolução.

Após a realização da auditoria técnica é realizado um relatório final onde estão registadas todas as constatações verificadas que depois são analisadas de maneira a avançar com as devidas correções e ações corretivas. Os dois relatórios apresentado são apenas exemplos para o laboratório de química clássica e para o laboratório de métodos instrumentais de análise, em anexo encontram-se os restantes relatórios finais.

Palavras-chave: NP EN ISO/IEC 17025; Controlo de qualidade; Auditorias técnicas; Produtos agroalimentares; Gestão de equipamentos.

Abstract

The curricular internship was developed at Silliker Portugal S.A, belonging to the Merieux Nutrisciences group, an independent company that provides services in the agro-food sector that today are very important in food quality and security. The internship lasted nine months, beginning in October 2015 and ending June 2016.

The objective of the internship was to perform technical audits to accredited and non-accredited rehearsal methods as well as equipment management.

Silliker Portugal S.A is an accredited laboratory according to the ISO/IEC 17025 standard and the analysis conducted by the company are subjected to a rigorous quality control. This quality control passes by the presence of specific criteria that are necessary to comply with the obtainment of the accreditation of the laboratory as well as the obtainment of the rehearsal method. One of the components that affect the rehearsal results are good equipment management.

Equipment management has a fundamental role in accredited laboratories given that these directly influence the quality of the results. Before entering service, the maximum acceptable error of the equipment must be determined according to rehearsal pre requisites or the manufactures specifications. For that, an adequate calibrations plan is required, for those equipment that has a significant impact in results quality and are subjected to calibration by competent external entities.

Besides external calibration, the laboratory conducts intermediary checks to control and verify the condition of the equipment for its correct use. In the temperature measure and monitoring equipment control is crucial due to its impact in the final result of a rehearsal, such as refrigerators. The refrigerators are as important due to their use in samples, standards and some solutions storage and their temperature need to be controlled. Each refrigerators has associated to it a work probe that is checked yearly by comparison with a reference probe, calibrated externally. Control charts play an important part in this control, registering the initial and final temperature of the use daily.

The internal audits are extremely important in the scope of food quality control and are performed periodically in a way to determine if the realized activities complies the system management and ISO/IEC 17025 requirements. Through a technical or first party audit it is possible to verify if the procedure is followed by the technician and to trace all inherent aspects to this method, as well as proficiency tests (PT) participations, and/or the use of daily process control samples (DPCS).

Throughout this internship there were done 18 technical audits to accredited and non-accredited rehearsal methods performed at wet chemistry laboratory and in the instrumental chemistry laboratory. In the wet chemistry, methods relating to glazing water, drained weight and liquid weight, chlorite content in fishing products and butter, milk, yogurt and animal feed, total butter acidity, nitrogen content in cereal and vegetables through the *Kjeldahl* method, ash content on butter and brute ash in animal feed were audited. In the instrumental chemistry laboratory just two methods were audited, the Vitamin C determination and benzoic and sorbic acids determination by high resolution liquid chromatography.

Upon the technical audit, a final report is completed where all the verified findings are registered and then analyzed in a way to perform the due corrections and corrective actions.

Both presented reports are just examples for the classical chemistry laboratory and the instrumental method analysis laboratory, annexed the remaining final reports can be found.

Keywords: NP EN ISO / IEC 17025; Quality control; Technical audits; Agrifood products; Equipment management.

Índice

Agradecimentos.....	iii
Resumo	iv
<i>Abstract</i>	vi
Lista de símbolos, unidades e abreviaturas	xv
1. Introdução.....	17
1.1. A empresa.....	17
1.1.1. Estrutura e organização da empresa.....	19
1.2. Referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025	21
1.2.1. Requisitos da NP EN ISO/IEC 17025	21
1.2.2. Organização.....	23
1.2.3. Sistema de gestão.....	23
1.2.4. Controlo dos documentos.....	23
1.2.5. Análise de consultas, propostas e contratos.....	24
1.2.6. Subcontratação de ensaios e calibrações	25
1.2.7. Aquisição de produtos e serviços	25
1.2.8. Serviço ao cliente	25
1.2.9. Reclamações.....	26
1.2.10. Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme	26
1.2.11. Melhoria	26
1.2.12. Ações corretivas.....	26
1.2.13. Ações preventivas	27
1.2.14. Controlo de registos	27
1.2.15. Auditorias internas.....	28
1.2.16. Revisão pela gestão	28
1.2.17. Generalidades.....	28
1.2.18. Pessoal	29
1.2.19. Instalações e condições ambientais	29
1.2.20. Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos.....	30
1.2.21. Equipamentos	31
1.2.22. Rastreabilidade de medições	31
1.2.23. Amostragem.....	32
1.2.24. Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar.....	32
1.2.25. Garantir a qualidade dos resultados de ensaios e de calibrações	32

1.2.26.	Apresentação dos resultados	33
1.3.	Acreditação no laboratório.....	33
1.4.	Enquadramento do estágio.....	36
2.	Validação de métodos.....	38
2.1.	Controlo de qualidade externo.....	38
2.2.	Controlo de qualidade interno.....	42
3.	Gestão de equipamentos de medição e ensaio.....	47
3.1.	Instrumentos de medição e monitorização de temperaturas.....	49
3.1.1.	Calibrações	50
3.1.2.	Verificações.....	52
3.1.2.1.	Anualmente	52
3.1.2.2.	Diariamente.....	57
3.1.3.	Manutenções.....	57
4.	Auditorias.....	59
4.1.	Auditorias internas.....	59
4.2.	Resultados das auditorias realizadas	60
4.2.1.	Auditorias técnicas no laboratório de química clássica	61
4.2.2.	Auditorias técnicas no laboratório de métodos instrumentais de análise	76
5.	Conclusão	90
6.	Referências bibliográficas	92
ANEXOS.....		96
Anexo 1 – NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura		96
Anexo 2 – DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura. Determinação do peso escorrido.....		97
Anexo 3 – EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)		103
Anexo 4 – ISO 1736:2008 Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).....		110
Anexo 5 – ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)		118
Anexo 6 – NP 702:1991 Iogurte. Determinação do teor da matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.....		126
Anexo 7 – EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.		134

ANEXO 8 – NP 1509:1985 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.....	141
ANEXO 9 – NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.....	146
ANEXO 10 – NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.	152
ANEXO 11 – NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta	159
ANEXO 12 – NP 2929:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos	165
ANEXO 13 – PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total	171
ANEXO 14 – PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido..	178
ANEXO 15 – PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas	184
ANEXO 15 – PAFQ.136.0 Géneros alimentícios. Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).....	190
ANEXO 16 – PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação da vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC)	191

Índice de figuras

Fig. 1 - Instalações atuais da Silliker Portugal S.A, pertencente ao grupo Mérieux NutriSciences.....	17
Fig. 2 - Mapa referente à presença global da Mérieux NutriSciences.	18
Fig. 3 - Organigrama representativo da estrutura da Silliker Portugal S.A.....	20
Fig. 4 - Exemplo de uma tabela de pontuações para avaliação do fator de desempenho Z (Relacre 13).....	40
Fig. 5 - Exemplo de um registo de duplicado numa lista de trabalho, para o método de determinação de cloretos.	43
Fig. 6 - Representação das linhas de referência numa carta de controlo.	45
Fig. 7 - Representação de uma etiqueta de confirmação do EMA de um equipamento.	48
Fig. 8 - Exemplo de uma sonda calibrada com a etiqueta de confirmação do EMA.	51
Fig. 9 - Representação de uma sonda de trabalho utilizada para os frigoríficos (Imagem retirada da web).	53
Fig. 10 - Representação de uma etiqueta de uma verificação interna.	56
Fig. 11 - Representação de carta de controlo de verificação bidirária de um frigorífico.	57
Fig. 12 - Representação de impresso de registo de manutenção de um equipamento.	58
Fig. 13 - Lista de trabalho relativa ao método NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.....	71
Fig. 14 - Reta de calibração para o ácido benzoico.....	84
Fig. 15 - Tabela representativa dos erros relativos dos padrões de controlo da reta de calibração do ácido benzoico.	84
Fig. 16 - Reta de calibração para o ácido sórbico.	85
Fig. 17 - Tabela representativa dos erros relativos dos padrões de controlo da reta de calibração do ácido sórbico.	85
Fig. 18 - Controlo dos declives relativos, na gama alta, ao ácido benzoico com a respetiva média e desvio padrão.....	86
Fig. 19 - Representação gráfica dos valores dos declives, na gama alta, para o ácido benzoico.	87
Fig. 20 - Controlo dos declives relativos, na gama baixa, ao ácido benzoico com a respetiva média e desvio padrão.....	87

Fig. 21 - Representação gráfica dos valores dos declives, na gama baixa, para o ácido benzoico.	88
------------------------------------------------------------------------------------------------------	----

Índice de tabelas

Tabela 1 - Requisitos de gestão e requisitos técnicos da ISO/IEC 17025 (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).	22
Tabela 2 - Parâmetros para a avaliação pelo organismo de acreditação.	34
Tabela 3 - Distinção entre acreditação e certificação.	34
Tabela 4 - Representação de resultados obtidos das três leituras lidas pela sonda de trabalho e pela sonda de referência, com média e erro associado. ...	54
Tabela 5 - Representação de resultados obtidos dos valores de temperatura lidos na sonda de trabalho e referência.	55
Tabela 6 - Relatório de auditoria ao método NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.	62
Tabela 7 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).	76
Tabela 8 – Relatório de auditoria ao método DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido. .	97
Tabela 9 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).	104
Tabela 10 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).	111
Tabela 11 - Relatório de auditoria ao método ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).	119
Tabela 12 - Relatório de auditoria ao método NP 702:1991 Iogurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.	127
Tabela 13 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.	135

Tabela 14 - Relatório de auditoria ao método NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.....	141
Tabela 15 - Relatório de auditoria ao método NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.	147
Tabela 16 – Relatório de auditoria ao método NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.....	153
Tabela 17 - Relatório de auditoria ao método NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.	159
Tabela 18 - Relatório de auditoria ao método NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.	166
Tabela 19 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.....	172
Tabela 20 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.....	178
Tabela 21 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.	185
Tabela 22 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).....	192

Lista de símbolos, unidades e abreviaturas

BIPEA	<i>Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques</i>
CC	Cartas de Controlo
DPCS	<i>Daily process control sample</i>
EA	European Co-operation for accreditation
ECI'S	Ensaio de Comparação Interlaboratorial
EGI	Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade Industrial
EMA	Erros Máximos Admissíveis
En	Erro Normalizado
FAPAS	<i>Food Analysis Performance Assessment Scheme</i>
FQ	Físico-Química
FRE	Ficha de registo de equipamento
HPLC	<i>High Performance Liquid Chromatography</i>
IAF	<i>International Accreditation Forum</i>
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
IPAC	Instituto Português da Acreditação, I.P
IQ	Impresso da Qualidade
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LIMS	<i>Laboratory Information Management System</i>
MIA	Métodos Instrumentais de Análise
MQ	Manual da Qualidade
MR	Material de Referência
MRC	Material de Referência Certificado
MRI	Material de Referência Interno
NA	Não aplicável

NC	Não conformidade/não conforme
NP	Norma Portuguesa
PAFQ	Procedimento de Análise Físico-Química
PCE	Procedimento de Calibração/Verificação de Equipamento
PCQ	Procedimento de Controlo de Qualidade
PEQ	Procedimento de Utilização de Equipamento
PGL	Procedimento Geral de Laboratório
PGQ	Procedimento de Gestão de Laboratório
RSD	<i>Relative Standard Deviation</i>
SGQ	Sistema de Gestão da Qualidade
TLC	<i>Thin Layer Chromatography</i>
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

1. Introdução

1.1. A empresa

A *Silliker* é uma empresa independente do setor agroalimentar que tem como missão responder às necessidades dos clientes de forma rápida e eficiente.

Iniciou a sua atividade em Portugal no concelho de Vila Nova de Gaia, em 1992, com a designação de EGI, Sociedade de Engenharia e Gestão de Qualidade Lda, integrando o Sistema Português de Qualidade através da acreditação do laboratório em 1993. Assim, as necessidades dos clientes são cumpridas com assertividade e rigor. Os ensaios são efetuados de acordo com os requisitos impostos pelos clientes e segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025:2005.

Desde então que o foco é a melhoria contínua e, em 2008, a multinacional americana *Silliker* adquiriu parte da empresa passando esta a designar-se *Silliker Portugal S.A.*

Atualmente a *Silliker* é um dos laboratórios acreditados da Mérieux NutriSciences situada na zona industrial de Canelas, concelho de Vila Nova de Gaia (Fig. 1).



Fig. 1 - Instalações atuais da *Silliker Portugal S.A.*, pertencente ao grupo Mérieux NutriSciences.

A avaliação organolética na caracterização de produtos de consumo tornou-se mais relevante a nível global e, em 2000, é criado o laboratório de análise sensorial. Para que a empresa pudesse responder a todas as necessidades dos clientes de forma mais eficaz, em março de 2005 mudou-se para novas instalações.

Em 2009, com o avanço na Investigação & Tecnologia, foi possível satisfazer novas necessidades dos clientes e foi lançado o serviço de Estudos de Vida Útil, de modo a validar o período de validade para os diferentes produtos de cada cliente.

Na área das águas de consumo, mais concretamente nos serviços analíticos em ambiente, em novembro de 2010, foi obtida a acreditação dos primeiros 8 ensaios de águas (4 ensaios microbiológicos e 4 ensaios físico-químicos).

A *Silliker*, em 2011, adquiriu mais 10% do capital da empresa, e em janeiro, ainda na área ambiental, obteve a acreditação das colheitas das amostras das águas de consumo e em mais dois ensaios físico-químicos. Também em 2011, a acreditação expandiu para as análises veterinárias, com a pesquisa de *Salmonella* em amostras de matéria fecal e ambientais provenientes da produção primária. Em 2013, surgiram novos serviços como o serviço de análises aos materiais de embalagens que entram em contacto com direto com os alimentos, analisando todos os aspetos importantes desde o design da embalagem, fabrico até à utilização final e eliminação (MQ *Silliker*).



Fig. 2 - Mapa referente à presença global da Mérieux NutriSciences.

A *Silliker* encontra-se, atualmente, em 21 países com mais de 80 laboratórios, com o objetivo de responder às necessidades no que diz respeito à prevenção da qualidade e segurança alimentar. Pertencendo à Mérieux NutriSciences, do Institut Mérieux, a *Silliker* é um parceiro de confiança no âmbito da saúde pública por meio de serviços de controlo analítico, consultadoria, auditoria, formação, investigação e serviços de análise sensorial (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/historia>).

A pesquisa científica, o conhecimento tecnológico, a formação contínua dos colaboradores da empresa oferecem confiança, imparcialidade, capacidade crítica e integridade operacional dos serviços prestados pela empresa.

A *Silliker* tem como principal importância o bem-estar dos consumidores, por isso cumpre com rigor estes valores principais, como a Integridade ao agir com ética e em trabalho de equipa, a Excelência ao promover o conhecimento científico, a Responsabilidade ao demonstrar o compromisso e a confiança e a Iniciativa ao agir com flexibilidade, inovação e com capacidade de resposta às preocupações do cliente (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/visao-missao-valores>).

1.1.1. Estrutura e organização da empresa

A *Silliker* oferece uma vasta gama de serviços, como o controlo físico-químico e microbiológico de alimentos, monitorização ambiental, análise sensorial e estudos do consumidor, consultadoria em rotulagem, segurança e qualidade alimentar (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/servicos/seguranca-e-qualidade-alimentar>).

O laboratório de Química está dividido em duas áreas funcionais: o laboratório de físico-química (FQ) onde estão presentes ensaios de química clássica e o laboratório de métodos instrumentais de análise (MIA).

No laboratório de microbiologia realizam-se diversos tipos de análises, tais como identificação de microrganismos patogénicos, microrganismos indicadores, ensaios qualitativos e quantitativos.

No laboratório de físico-química e métodos instrumentais de análise realizam-se análises relativas a contaminantes, alergénios, aditivos, vitaminas, proteínas, entre outros.

No serviço ambiental realizam-se análises a águas de consumo, a águas residuais e resíduos.

A área responsável pelas auditorias permite identificar problemas que ocorram ou até mesmo identificar estes preventivamente.

O serviço de consultadoria em segurança e qualidade alimentar inclui a gestão da segurança alimentar, rotulagem, consultadoria técnica, fichas técnicas e legislação.

A formação é fundamental para se implementarem planos de formação inter e intra empresas e seminários.

Todos os serviços prestados contam com a experiência de excelentes profissionais para que seja possível proporcionar aos seus clientes uma maior confiança e segurança.

Pelo organigrama podemos ver as funções da *Silliker* devidamente organizadas.

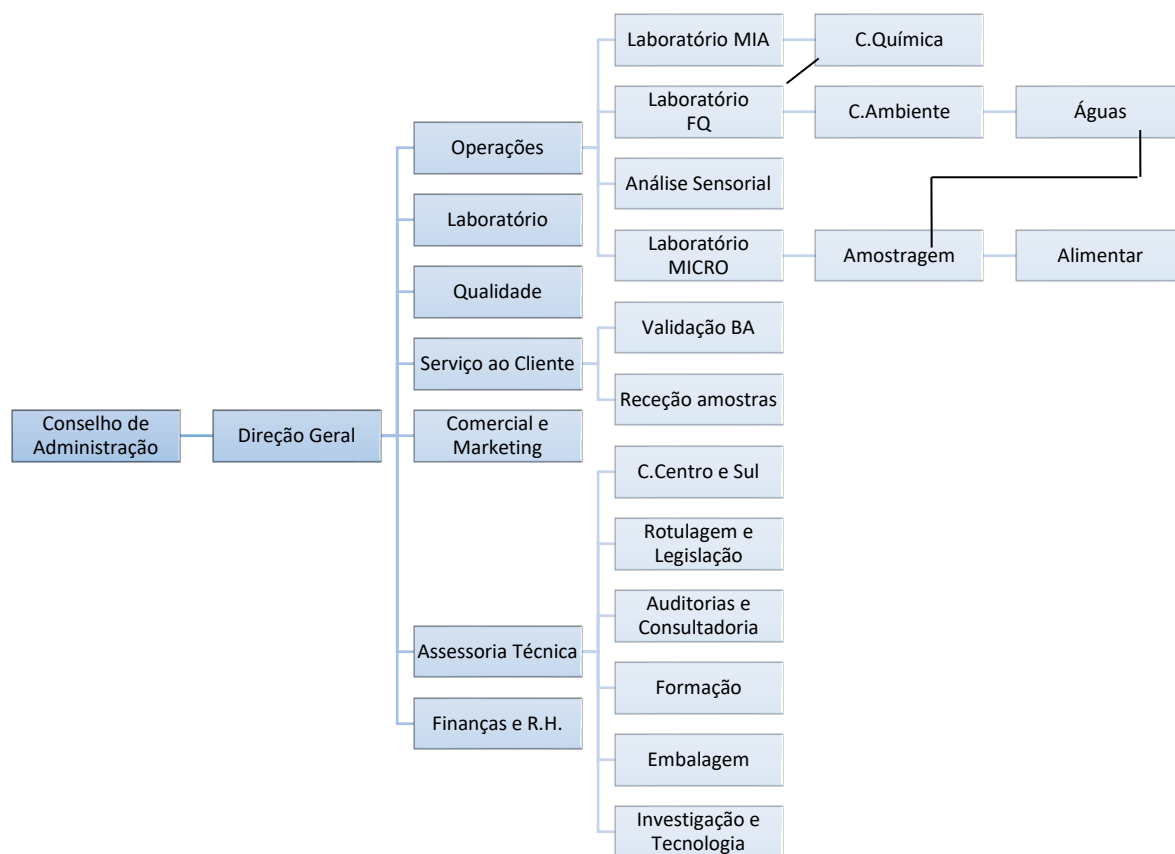


Fig. 3 - Organograma representativo da estrutura da Silliker Portugal S.A.

1.2. Referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025

A NP EN ISO/IEC 17025 é extensível a todas as empresas que façam ensaios e/ou calibrações, geralmente em laboratórios. A aplicação desta norma facilita a colaboração entre laboratórios, assim como a troca de informação, experiência e também o aprimoramento de normas e procedimentos.

Sendo assim, a aceitação dos resultados de ensaios e calibrações entre países será facilitada se todos os laboratórios seguirem este referencial normativo. Esta norma deve ser utilizada pelos laboratórios no desenvolvimento dos seus sistemas de gestão para a qualidade, e para as atividades administrativas e técnicas. No entanto, esta norma não se destina a ser utilizada como referencial para a certificação de laboratórios.

1.2.1. Requisitos da NP EN ISO/IEC 17025

Um laboratório acreditado deve garantir que todo o seu trabalho seja sempre executado de acordo com os métodos estabelecidos, com os requisitos impostos pelo cliente e segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025. Uma avaliação regular feita através de um organismo de acreditação confirma todos os processos da operação com dados rigorosos e confiáveis (Consultado em <http://ilac.org/language-pages/portuguese/>). Estas avaliações obrigam a que todas as ações sejam monitoradas de forma a que, quando necessário, se apliquem medidas corretivas ou preventivas adequadas.

A adoção da NP EN ISO/IEC 17025 nos laboratórios de ensaio e calibração tornou a implementação de requisitos de forma uniforme, em muitos países, para que em certos ensaios e medições sejam, também, aceites internacionalmente, quando possível. Esta uniformidade leva a que os países estabeleçam acordos entre si, com base nos sistemas de acreditação, como por exemplo, os acordos de reconhecimento mútuo (MRAs), são muito importantes para que os dados de ensaio e calibrações sejam aceites internacionalmente.

A Qualidade está presente em todas as áreas de uma empresa ou organização e assegura uma maior satisfação por parte dos clientes e outras partes interessadas, seguindo um conjunto de requisitos que podem ser aplicáveis, no âmbito da empresa ou organização.

Uma boa implementação do Sistema de Gestão da Qualidade contribui para a melhoria contínua de processos, o aumento da eficiência e da produtividade, onde o

controlo de registos comprova se o sistema está a ser executado, ou não. O Sistema da Gestão da Qualidade assegura, também, a conformidade com a legislação e regulamentação em vigor, de forma a estar sempre atualizado.

Existem vários princípios a seguir para que esta conformidade seja garantida, como a focalização no cliente, onde o SGQ tem atenção às suas necessidades; a liderança, para que haja motivação na empresa; a cooperação é muito importante, onde as aptidões das pessoas são utilizadas para benefício da empresa; a melhoria contínua depende de uma avaliação do desempenho global do sistema; a confiança é um aspeto importante para que a relação com o cliente se mantenha e seja sempre melhor; o planeamento e a organização são de extrema relevância, por exemplo, a abordagem de processos permite que os resultados sejam atingidos de forma mais eficiente, desde que as atividades e os seus recursos sejam geridos por processos (A.Faria, José).

A ISO/IEC 17025 está dividida em dois conjuntos de requisitos, os de gestão e os técnicos:

Tabela 1 - Requisitos de gestão e requisitos técnicos da ISO/IEC 17025 (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

Requisitos de gestão	Requisitos técnicos
<ul style="list-style-type: none"> •Organização •Sistema de gestão •Controlo de documentos •Análise de consultas, propostas e contratos •Subcontratação de ensaios e calibrações •Aquisição de produtos e serviços •Serviço ao cliente •Reclamações •Controlo de trabalhos de ensaio não-conformes •Melhoria •Ações corretivas •Ações preventivas •Controlo de registos •Auditorias internas •Revisões pela gestão 	<ul style="list-style-type: none"> •Generalidades •Pessoal •Instalações e condições ambientais •Métodos de ensaio e validação de métodos •Equipamento •Rastreabilidade das medições •Amostragem •Manuseamento dos itens a ensaiar •Garantir a qualidade dos resultados de ensaio •Apresentação dos resultados

A acreditação é necessária para que um laboratório seja reconhecido por um organismo autorizado e possa desempenhar as determinadas tarefas. Esta acreditação é feita pelo IPAC e comprova evidencia da competência dos resultados adquiridos (Consultado em <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>).

1.2.2. Organização

O laboratório ou organização tem de ser provido de uma personalidade jurídica própria, deve comprovar tal fato através de um documento legal apropriado, evidenciar que cumpre os requisitos regulamentares aplicáveis à sua área de atividades acreditada e a acreditar.

Deve ser criado um Manual da Qualidade (MQ) onde estejam descritos todos procedimentos e instruções relativas ao sistema da qualidade implementado, como por exemplo, a organização interna do laboratório. A proteção de informação confidencial e dos direitos relacionados com os clientes deve ser seguida através de uma política e procedimentos muito bem elaborados e definidos (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.3. Sistema de gestão

Para o bom funcionamento de um laboratório é necessário haver um sistema de gestão implementado para garantir a qualidade dos resultados dos ensaios e/ou calibrações bem com a satisfação do cliente. Todos os registos e documentação relativa ao sistema deve estar acessível a pessoal relevante e este deve cumprir as regras estabelecidas no sistema de gestão, qualquer que seja a sua função (MQ *Silliker*).

O laboratório deve dispor de um Manual da Qualidade onde tenha descritas as políticas do sistema de gestão do laboratório, incluindo os objetivos da qualidade que são estabelecidos e revistos pela gestão de topo. O Manual da Qualidade deve ter informações relativas aos procedimentos de suporte, incluindo os procedimentos técnicos, assim como as responsabilidades da gestão e do gestor da qualidade.

A gestão de topo deve rever e implementar o sistema de gestão assim como rever os processos de melhoria contínua (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.4. Controlo dos documentos

O controlo de documentos permite uma melhor gestão do sistema da qualidade. A partir deste controlo é possível definir regras de formatação de procedimentos, o seu conteúdo e regras de alteração e circulação, assim como o tipo de procedimentos utilizados como suporte ao sistema de gestão implementado (MQ *Silliker*).

No processo de controlo de documentos, todos eles devem ser revistos e aprovados, antes da sua emissão. Estes devem estar devidamente atualizados. Esta atualização passa por haver uma lista de controlo ou de procedimento equivalente de controlo de documentos que indique o estado da revisão atual, para que se evite a utilização de documentação inválida e/ou obsoleta.

A identificação de um documento deve conter a data de emissão, por quem foi emitido, a aprovação do documento e a rubrica do responsável por cada parâmetro anterior.

O período da revisão documental é estabelecida pela empresa. Os documentos inválidos ou obsoletos devem ser alocados num outro local que não o dos documentos em vigor.

A alteração efetuada, em qualquer documento, deve ser revista e aprovada pelo responsável atribuído à função, sendo que as alterações devem permanecer descritas no mesmo documento após aprovação. As alterações manuscritas devem ser datadas, assinaladas e rubricadas por quem as executou.

Em suporte eletrónico, devem ser estabelecidos procedimentos para descrever o modo de como se deve agir no controlo das alterações dos documentos (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.5. Análise de consultas, propostas e contratos

A documentação referente a análises de consultas, propostas e contratos deve conter procedimentos adequados para cada assunto correspondente. O laboratório deve ter todos os recursos necessários para cumprir com os requisitos do cliente, assim como os métodos utilizados devem ser de fácil compreensão e devidamente atualizados.

Os contratos realizados devem ser bem elaborados de forma a satisfazerem o cliente e o laboratório.

Durante o período da execução do contrato, deve-se manter todos os registos de discussões respeitantes aos clientes, bem como o registo das análises, incluindo todas as alterações efetuadas relativamente aos requisitos ou resultados do trabalho. O cliente deverá tomar conhecimento de todos os desvios realizados ao contrato. Quando existe necessidade de alterar o contrato já durante o trabalho, a análise deve ser feita novamente sendo imprescindível a comunicação, de qualquer tipo de alteração, a todo o pessoal referente ao trabalho (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.6. Subcontratação de ensaios e calibrações

Todos os subcontratados devem atuar em conformidade com a Norma referente para o trabalho em questão, ou seja, todas as subcontratações devem ser realizadas apenas a laboratórios acreditados para o ensaio respetivo.

Aquando uma subcontratação, o cliente deverá ser informado pelo laboratório acerca da combinação e aprovar, de preferência por escrito, sendo que o laboratório é sempre responsável pelo trabalho realizado pelo subcontratado, exceto em casos em que é o cliente a indicar qual o subcontratado.

O laboratório deverá manter um registo de todos os subcontratos de ensaios e calibrações que efetua (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.7. Aquisição de produtos e serviços

Na aquisição de produtos e serviços, o laboratório deve seguir uma política e procedimentos para a seleção e compra dos produtos e serviços a utilizar. O laboratório deve assegurar que os produtos adquiridos são bem rececionados e devidamente armazenados nos locais corretos.

Os produtos mais relevantes são os consumíveis, os reagentes, os padrões e os materiais de referencia certificados. Todos os consumíveis que irão influenciar a qualidade dos ensaios e/ou calibração não devem ser utilizados sem antes serem inspecionados ou verificados.

O laboratório avalia todos os fornecedores de produtos e serviços que tenham influencia na qualidade dos ensaios e/ou calibrações (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.8. Serviço ao cliente

Uma boa comunicação com o cliente é crucial para trazer uma maior confiança na prestação de serviços. O laboratório deverá fornecer informações acerca de todo o processo da execução de ensaios e estas, devem ser analisadas e utilizadas para melhorar o sistema de gestão, as atividades de ensaio e calibração e o serviço ao cliente. Aquando uma reclamação, por parte do cliente, esta deve ser vista como uma oportunidade de melhoria de forma a melhorar a gestão da qualidade do laboratório (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.9. Reclamações

Todas as reclamações recebidas por parte dos clientes devem ser cuidadosamente analisadas e registadas antes de ser tomada qualquer tipo de decisão. Este registo deverá incluir todas as reclamações, investigações e ações corretivas levadas a cabo pelo laboratório.

Os clientes, ou reclamantes necessitam de estar a par de toda a metodologia usada no tratamento das reclamações, assim como o resultado deste. As reclamações recebidas devem ser sempre interpretadas como oportunidades de melhoria (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.10. Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme

Aquando a presença de uma não conformidade, o laboratório deverá definir a responsabilidade e autoridade para o tratamento deste caso, assim como deverá ser feita uma avaliação da importância do trabalho não conforme, pois poderá ser necessário tomar medidas corretivas ou preventivas de forma a que o sistema de gestão e o serviço prestado ao cliente não seja afetado.

A correção da não conformidade deverá ser feita de imediato, e sempre que necessário o cliente deve ser notificado (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.11. Melhoria

Através da política de qualidade, objetivos da qualidade, resultados de auditorias realizadas, análises de dados e ações corretivas e preventivas, o laboratório consegue melhorar continuamente a eficácia do seu sistema de gestão. Melhorar o desempenho de um método, a atualização de um software, a diminuição do tempo de resposta aos clientes são exemplos de melhorias (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.12. Ações corretivas

Uma ação corretiva é utilizada para eliminar a causa de uma não conformidade detetada ou de outra situação indesejável (MQ *Silliker*). A implementação de ações corretivas deve ser feita através de responsáveis designados pelo laboratório. Estas são

identificadas através de ensaios com não conformidade ou então desvios relativos a políticas e procedimentos.

As causas que deram origem às não conformidades devem ser analisadas e registadas para que depois se possa implementar as ações corretivas adequadas (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.13. Ações preventivas

As ações preventivas são ações para eliminar as causas de potenciais não conformidades ou de outras potenciais situações indesejáveis, e também, para promover a melhoria do sistema da qualidade (MQ *Silliker*). Estas devem ser aplicadas após uma análise de causas cuidada.

Para que sejam aplicadas devem ser desenvolvidos, implementados e acompanhados planos de ação para diminuir a ocorrência de não conformidades, e sempre que possível, aplicar oportunidades de melhoria (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.14. Controlo de registos

O laboratório deve definir um procedimento interno para o controlo de todos os registos efetuados tais como a identificação, a recolha, a indexação, o acesso, o arquivo, o armazenamento, a manutenção e a eliminação dos registos técnicos e da qualidade, e estes devem incluir relatórios de auditorias internas e das revisões pela gestão, assim como o registo das ações corretivas e preventivas.

Os registos devem estar bem legíveis e armazenados de modo a que sejam facilmente recuperados e consultados, em ambiente apropriado, para que não hajam estragos ou deteriorações. O laboratório define os períodos da conservação de registos. Para salvaguardar possíveis perdas, é necessário fazer cópias de segurança dos registos, em suporte eletrónico.

O local onde estão armazenados os arquivos de controlo de registos devem estar acessíveis durante a auditoria (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.15. Auditorias internas

Para que se possa ter uma visão de que as operações continuam a satisfazer os requisitos do sistema da gestão da qualidade e da NP EN ISO/IEC 17025, o laboratório deve estabelecer um programa de auditorias internas às suas atividades. As auditorias internas, ou de primeira parte, são efetuadas pela organização ao seu próprio sistema, procedimentos e instalações (MQ *Silliker*). Este planeamento é da responsabilidade do gestor da qualidade.

Quando existem duvidas relativas à eficácia das operações e que se possam tornar não conformidades, o laboratório deve implementar uma ação corretiva atempada e notificar os clientes se estas estiverem a afetar os resultados inerentes a estes (NP EN ISO/IEC 17025; GA17025).

1.2.16. Revisão pela gestão

As revisões pela gestão devem ser feitas segundo um programa de procedimentos pré elaborado, e têm como objetivo garantir a eficácia e introduzir as alterações ou as melhorias necessárias. A revisão do sistema deve ter em conta vários pontos como, a adequação das políticas e procedimentos, os relatórios do pessoal dirigente e supervisor, os resultados das auditorias internas recentes, as ações corretivas e preventivas, as avaliações efetuadas por organismos externos, os resultados de comparações interlaboratoriais ou de ensaios de aptidão, as alterações do volume e do tipo de trabalho, o retorno de informação dos clientes, as reclamações, as recomendações de melhoria e outros aspetos relevantes como atividades de controlo de qualidade, os recursos e formação do pessoal.

Todos os resultados das revisões pela gestão e as suas ações resultantes devem ser registadas e realizadas num prazo adequado e acordado, sendo também recomendável que as conclusões relevantes sejam divulgadas a todo o pessoal do laboratório (NP EN ISO/IEC 17025; GA17025).

1.2.17. Generalidades

As condições ambientais, as instalações, os fatores ambientais, o método de ensaio e calibração e validação de métodos, o equipamento, a rastreabilidade das

medições, a amostragem e o manuseamento de itens a ensaiar ou calibrar são fatores que determinam a exatidão e a fiabilidade dos ensaios realizados no laboratório. Estes fatores devem ser tidos em conta no desenvolvimento de métodos e procedimentos de ensaio e calibração, e também, na formação e qualificação do pessoal e na seleção e calibração do equipamento utilizado (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.18. Pessoal

O pessoal é o fator mais importante no Sistema da Gestão da Qualidade e por isso, deve ser qualificado com base na sua formação e experiência, ou competências demonstradas. O laboratório deve então garantir que a competência do pessoal está definida num documento onde descreve as qualificações mínimas exigidas para os diferentes cargos ou funções no laboratório.

O laboratório deve proporcionar formação ao pessoal quando forem identificadas necessidade de formação em determinadas áreas. A eficácia das formações implementadas deve ser avaliada. Os registos das autorizações, da competência, a escolaridade e qualificação profissional, a formação, a perícia e experiência relevantes de todo o pessoal técnico, incluindo o pessoal contratado, devem ser mantidos em registo. Toda a informação relativa ao pessoal deve estar sempre acessível e incluir a data em que a autorização e/ou competência foi confirmada (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.19. Instalações e condições ambientais

As fontes de energia, a iluminação e as condições ambientais devem permitir a correta realização de ensaios e/ou calibrações.

Estas condições, juntamente com as instalações não podem invalidar os resultados ou afetar negativamente a qualidade exigida pelo SGQ do laboratório na realização dos ensaios e/ou calibrações. Aquando a realização em locais que não sejam as instalações permanentes, os requisitos técnicos relativos às instalações e às condições ambientais que possam interferir os resultados dos ensaios devem estar documentados.

O laboratório deve garantir que as áreas onde se realizem atividades incompatíveis estejam separadas, de modo a evitar a contaminação cruzada. A limpeza

e arrumação devem estar asseguradas pelo laboratório e, sempre que necessário, devem ser estabelecidos procedimentos especiais (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.20. Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos

Os métodos de ensaio são procedimentos técnicos definidos para a realização de ensaios. Quando é necessário validar um método interno de ensaio deve-se efetuar a sua descrição e caracterização. Esta descrição deve ser feita em documentos, de maneira a que qualquer pessoa com preparação adequada a possa executar. Estes métodos incluem a amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento e preparação dos itens a ensaiar e/ou calibrar. As instruções de utilização e de funcionamento de todo o equipamento devem estar acessíveis a todo o pessoal do laboratório.

A calibração estabelece a relação entre os valores e incertezas de medição fornecidos por padrões e indicações sobre incertezas associadas, após esta relação obtém-se um resultado de medição a partir de uma indicação. A incerteza é um fator associado ao resultado de uma medição que caracteriza a dispersão de valores que se pode atribuir à grandeza que se está a medir (MQ *Silliker*).

O laboratório deve utilizar métodos de ensaio e/ou calibração de modo a satisfazer o cliente, e quando este não especifica o método deve se selecionar os métodos mais adequados. O cliente deve ser sempre avisado do método de ensaio que foi utilizado. Aquando métodos de ensaio não normalizados, ou seja, provenientes de adaptações ou modificações de métodos normalizados, estes devem ter o conhecimento do cliente e o método deve ser validado antes de ser utilizado (MQ *Silliker*;NP EN ISO/IEC 17025;GA17025). Esta validação confirma que os requisitos específicos pretendidos são satisfeitos, e pode ser feita por uma avaliação indireta, ou seja, por evidência das suas características, estudos de otimização e de parâmetros (repetibilidade, precisão intermédia, limites de deteção), ou então, por avaliação direta, ou seja, por comparação com referências aceites, de comparações interlaboratoriais, ou de materiais de referência certificados.

Os laboratórios de ensaio devem ter procedimentos para a estimativa de incerteza de medição e podem basear-se no conhecimento do desempenho do método e recorrer à experiência adquirida e aos dados de validações anteriores. O laboratório deve ainda possuir um controlo de dados para que os cálculos e as transferências de dados relativamente aos métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos

sejam submetidos a verificações apropriadas de forma sistemática (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.21. Equipamentos

Para que todos os ensaios sejam realizados de forma correta e com sucesso, o laboratório deve dispor de todo o equipamento adequado. A NP EN ISO/IEC 17025:2005 obriga a que todo o equipamento, quando aplicável, seja calibrado ou verificado antes da sua utilização. A calibração, que pode ser externa ou interna, é um meio para conhecer a metrologia e funcionamento do equipamento, a verificação estabelece a conformidade com requisitos especificados e assim confirmar a aptidão ao uso. Este requisito torna os resultados obtidos, pelo laboratório, mais credíveis, pois todos os equipamentos ao estarem devidamente verificados e certificados vão estar de acordo com as exigências normativas.

A manutenção do equipamento é, também, um fator importante para a qualidade do equipamento, e pode ser feita pelo laboratório ou por uma entidade externa. O laboratório deve dispor de um plano de manutenção preventiva.

Os equipamentos devem estar devidamente identificados, como por exemplo com a referência ao n.º de série do equipamento e ao código atribuído internamente pelo laboratório. Os registos relativos à localização do equipamento e software devem estar em suporte papel ou informático.

Um plano relativo a verificações intermédias é necessário para que se possa controlar a aptidão ao uso de cada equipamento permitindo detetar avarias e falhas. Este plano deve ter em conta as recomendações do fabricante, informações relativas à análise das calibrações efetuadas anteriormente, a frequência, as condições de uso e ambientais (temperatura, humidade, vibração) (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.22. Rastreabilidade de medições

Os equipamentos que têm impacto sobre a exatidão ou na validade do resultado do ensaio, calibração ou amostragem, devem ser calibrados antes de entrar ao serviço. Quando se efetua uma calibração externa, numa entidade exterior ao laboratório, esta deve ser acreditada pelo IPAC para o tipo de calibração pretendida, ou então por organismos de acreditação signatários do Acordo Multilateral da EA ou ILAC.

As calibrações internas devem cumprir requisitos semelhantes aos de um laboratório acreditado e quando são efetuadas no laboratório devem estar disponíveis para poderem ser auditadas.

Nos ensaios de medições químicas, os materiais de referência são muito importantes na avaliação da qualidade dos resultados obtidos, assim como na validação de métodos, calibração, estimativa de incertezas e controlo de qualidade (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.23. Amostragem

A amostragem refere-se à recolha da amostra ou equipamento para ensaio ou calibração. Apenas poderá haver uma auditoria se estes requisitos estiverem no âmbito da amostragem. Esta amostragem deve especificar os fatores a controlar para garantir a validade dos resultados do ensaio ou calibração. O laboratório deve registar todos os dados e operações relativos à amostragem (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.24. Manuseamento dos equipamentos a ensaiar ou calibrar

Os equipamentos a ensaiar ou a calibrar devem estar devidamente identificados. Estes itens devem ter procedimentos corretamente explícitos para proteger a integridade destes e salvaguardar os interesses do laboratório e do cliente.

Quando se rececionam novos itens, o laboratório deve registar todo o tipo de anomalias ou desvios relativos às condições normais ou especificadas. O laboratório deve dispor de procedimentos e instalações adequadas para se evitar a deterioração ou estrago do item a ensaiar ou calibrar, durante o seu armazenamento (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.25. Garantir a qualidade dos resultados de ensaios e de calibrações

Para que haja qualidade nos resultados de ensaios e calibrações é necessário haver procedimentos de controlo de qualidade e registos, de forma a detetar tendências e aplicar, sempre que adequado, técnicas estatísticas na análise dos resultados. A participação em programas de comparação interlaboratorial ou ensaios de aptidão, o uso de materiais de referência certificados e/ou controlo de qualidade interno com

recurso a materiais de referência secundários são exemplos de como monitorizar este controlo de qualidade garantir a qualidade dos resultados. Os ensaios de comparação interlaboratorial são realizados, ao mesmo material, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-definidas. Os ensaios de aptidão são ensaios realizadas para determinar o desempenho do analista ou do laboratório (MQ *Silliker*)

A partir desta monitorização irão resultar dados que devem ser analisados e se estes não cumprirem com os critérios predefinidos devem ser tomadas ações para corrigir o problema de modo a evitar resultados incorretos (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.2.26. Apresentação dos resultados

Todos os resultados de ensaios e calibração realizados pelo laboratório devem estar descritos de forma clara e inequívoca, e de acordo com as instruções específicas dos métodos de ensaio ou calibração. Estes resultados são apresentados num relatório de ensaio, ou no caso de calibração, num certificado de calibração, onde estejam definidas as informações solicitadas pelo cliente e necessárias para a interpretação dos resultados.

No caso dos resultados quantitativos de ensaios químicos, a apresentação deve ser bastante clara e evidente, por exemplo, quando se assinala “não detetado” ou “não quantificado” é necessário colocar o valor limite de deteção ou quantificação obtido para o ensaio (NP EN ISO/IEC 17025;GA17025).

1.3. Acreditação no laboratório

A acreditação é a demonstração de reconhecimento, de um laboratório, de competência, imparcialidade e capacidade para desempenhar melhor os seus serviços. O laboratório adquire uma maior visibilidade de modo a que os clientes identifiquem e selecionem os serviços de ensaio, medição e calibração mais confiáveis. Para que este reconhecimento seja mantido, o laboratório é avaliado periodicamente por um organismo de acreditação. Em Portugal esse organismo é o IPAC, que tem como função assegurar a contínua conformidade dos requisitos do laboratório avaliado.

Esta avaliação, através do organismo de acreditação, verifica todos os ângulos de todas as operações inerentes ao laboratório, e são identificadas e discutidas oportunidades de melhoria, obtendo-se um relatório detalhado no final.

A participação em certos programas de ensaios de comparação interlaboratorial entre reavaliações, tais como a demonstração adicional de competência técnica, também podem contribuir para a manutenção da contínua conformidade do laboratório.

A acreditação é um indicador confiável de competência técnica pois permite verificar se o laboratório está a trabalhar corretamente e de acordo com as normas adequadas (Consultado em <http://ilac.org/language-pages/portuguese/>).

Tabela 2 - Parâmetros para a avaliação pelo organismo de acreditação (Consultado em <http://ilac.org/language-pages/portuguese/>).

AVALIAÇÃO PELO ORGANISMO DE ACREDITAÇÃO	
✓	Competência técnica do pessoal;
✓	Validade e adequação dos métodos de ensaio;
✓	Rastreabilidade de medições e calibrações a normas nacionais;
✓	Adequação, calibração e manutenção dos equipamentos de ensaio;
✓	Ambiente de ensaio;
✓	Amostragem, manuseamento e transporte de itens de ensaio;
✓	Garantia da qualidade de dados de ensaios e calibrações.

O organismo nacional de acreditação, IPAC, é membro da infraestrutura europeia de acreditação, a *European Cooperation for Accreditation* (EA), bem como das estruturas mundiais de acreditação, a *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC) e o *International Accreditation Forum* (IAF), conforme se indica na secção Reconhecimento Internacional da sua página eletrónica.

O IPAC atua sob a supervisão do Ministro da Economia, apesar da sua área de intervenção abranger praticamente todos os setores de governação (Consultado em <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>).

A acreditação distingue-se da certificação em vários fatores, como na metodologia usada e também a presença de uma entidade acreditadora que efetua a regulação dos organismos de certificação.

A certificação decorre quando um organismo autorizado reconhece que uma organização tem um bom sistema de gestão da qualidade em conformidade contínua com boas práticas de gestão e com princípios de gestão da qualidade.

Tabela 3 - Distinção entre acreditação e certificação.

ACREDITAÇÃO	CERTIFICAÇÃO
✓ Aplicável a laboratórios;	✓ Aplicável a qualquer organização;

<ul style="list-style-type: none"> ✓ Normas NP EN ISO/IEC 17025 e NP EN ISO 15189 (no caso de acreditação em laboratórios clínicos); ✓ Evidência de competência; ✓ Forte componente técnica; ✓ Acreditação de ensaios. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Norma NP EN ISO 9001:2015; ✓ Evidência de conformidade; ✓ Forte componente de gestão; ✓ Certificação de organizações.
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

1.4. Enquadramento do estágio

A produção alimentar tem vindo a tornar-se cada vez mais industrializada e o seu comércio e distribuição tornam-se globalizados, o que leva a uma maior preocupação no âmbito da segurança alimentar, pois os perigos de contaminação dos alimentos surgem com mais facilidade e rapidez. Esta contaminação dos alimentos pode advir de más práticas pelos operadores, como no manuseamento, processamento ou armazenamento dos alimentos. A Organização Mundial de Saúde (OMS) pede especial atenção na formação contínua de quem faz parte da manipulação dos alimentos, no que diz respeito à sua responsabilidade na segurança alimentar (World Health Organization (WHO)).

Na segurança alimentar existem vários perigos associados aos géneros alimentícios no momento do seu consumo. Estes perigos podem ser classificados como biológicos, químicos ou físicos e podem entrar em qualquer etapa desde a produção até à distribuição (NP EN ISO 22000:2005).

A OMS tem divulgado informações de extrema relevância relativamente à importância das bactérias, vírus e parasitas como agentes causadores de doenças de origem alimentar. Atualmente, as principais causas de doença e morte nos países em desenvolvimento são as diarreias provocadas pelo consumo de alimentos contaminados e água imprópria para consumo, que matam cerca de 1,8 milhões de pessoas todos os anos, atingindo principalmente as crianças. As doenças de origem alimentar são 300 a 350 vezes mais frequentes do que indicam os casos que são declarados, afetando uma em cada três pessoas (Consultado em <https://www.saudecuf.pt/mais-saude/doencas-a-z/intoxicacao-alimentar>).

O controlo da qualidade alimentar passa por assegurar a qualidade nos alimentos que são ingeridos diariamente e, para isso, estes devem estar aptos para consumo. Quando se lança um produto alimentar para o mercado é necessário que este passe por uma série de requisitos através de ensaios laboratoriais, que irão analisar o alimento, e concluir se este é seguro e apto para consumo humano. Sendo assim, as análises alimentares têm que ser bastante rigorosas e credíveis. A análise nutricional é relevante para que se tenha uma alimentação adequada, conhecendo o valor calórico e as propriedades nutricionais dos alimentos. A determinação de aditivos alimentares, tais como conservantes, antioxidantes, edulcorantes e corantes artificiais é, também, importante para que o produto cumpra com os requisitos legais aplicáveis. A deteção

de contaminantes é uma das análises mais importantes para que a saúde pública esteja salvaguardada e, para isso, estes devem estar dentro de limites aceitáveis do ponto de vista toxicológico.

O sucesso desta análise alimentar está no sistema de gestão da qualidade do laboratório, que deve ser acreditado pelo IPAC (Instituto Português de Acreditação) e deve seguir rigorosamente o referencial normativo da NP EN ISO/IEC 17025.

De forma a determinar este sucesso são efetuadas auditorias, que podem ser de três tipos: primeira parte, segunda e terceira parte. As auditorias técnicas têm como objetivo garantir o rigor e sucesso dos ensaios e que todos os métodos acreditados sejam auditados uma vez a cada ciclo de acreditação (atualmente quatro anos) (MQ *Silliker*).

2. Validação de métodos

Um laboratório precisa de obter resultados com exatidão e rigor e, para isso, precisa de obedecer a uma variedade de requisitos da qualidade para que tenha os melhores resultados. Para tal, têm de haver critérios de aceitação/rejeição da qualidade dos resultados finais.

Todos os dados de controlo devem ser registados e analisados e, quando não satisfazem os critérios predefinidos, são implementadas ações corretivas para retificar o problema e evitar a apresentação de resultados incorretos (NP EN ISO/IEC 17025). Quanto mais exatos e precisos forem os resultados, maior a sua qualidade.

A exatidão é a concordância entre o valor obtido e o valor convencionalmente aceite como verdadeiro. A precisão é definida como a concordância entre vários resultados obtidos por aplicação do mesmo procedimento de ensaio várias vezes, em materiais semelhantes, em condições definidas (Relacre 3).

Um dos objetivos do SGQ é avaliar a exatidão e a precisão dos resultados, e essa avaliação poderá ser feita através de um controlo externo e/ou interno.

2.1. Controlo de qualidade externo

O controlo de qualidade externo serve para avaliar a exatidão dos resultados produzidos.

▪ Materiais de referência certificados (MRC)

Os materiais de referência certificados são materiais usados na avaliação de métodos de ensaio, constituindo uma ótima ferramenta no controlo externo de uma análise química. Estes materiais são utilizados para verificar a rastreabilidade e qualidade a nível da validação de métodos analíticos (Relacre 13).

Um MRC é fornecido com um valor de concentração convencionalmente verdadeira associado ao valor de uma incerteza sendo, assim, que estes MRC devem ser produzidos por organismos reconhecidos e competentes como, por exemplo, pelo Bureau Comunitário de Referência (BRC) da Comissão da União Europeia. Contudo, um laboratório que participe em ensaios interlaboratoriais poderá obter os MRC através das entidades responsáveis por esses ensaios (Relacre 13).

O uso dos materiais de referência certificados servem para fazer a comparação entre o resultado obtido com o valor verdadeiro conhecido, que está descrito no

certificado de análise, porém, é também possível verificar o valor do erro e a exatidão da análise efetuada. Quando o valor obtido não se encontra dentro do intervalo de incerteza indicado pelo certificado, o laboratório deve encontrar a(s) causa(s) para tal ter ocorrido e, sempre que possível, eliminá-las (Relacre 13).

A avaliação dos resultados obtidos da análise de um MRC pode ser feita através de várias formas:

- Erro relativo
- Teste de hipóteses (teste t)
- Fator de desempenho Z (“Z-score”)
- Erro normalizado

O **erro relativo** exprime a componente de erros sistemáticos e é uma forma de avaliar a exatidão de um método de ensaio através do cálculo da seguinte expressão:

$$\text{Erro relativo (\%)} = \frac{(X_{\text{lab}} - X_v)}{X_v} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$

Onde X_{lab} corresponde ao valor obtido pela análise do MRC e X_v ao valor verdadeiro, fornecido no certificado.

O **teste de hipóteses (teste t)** também averigua a existência de erros sistemáticos associados à metodologia praticada e, é dado pela expressão seguinte:

$$t = \frac{(X_{\text{lab}} - X_v) \times \sqrt{N}}{SX_{\text{lab}}} \quad (\text{Equação 2})$$

Onde X_{lab} corresponde ao valor obtido pela análise do MRC e X_v é o valor verdadeiro, descrito no certificado. O valor de **N** representa o número de medições e SX_{lab} corresponde ao valor do desvio padrão da média dos valores obtidos pelo laboratório (Relacre 13).

O **fator de desempenho Z** é outra forma de avaliar o desempenho prestado pelo laboratório na análise de um material de referência certificado e é calculado através da seguinte expressão:

$$Z = \frac{(X_{lab} - X_v)}{S} \quad (\text{Equação 3})$$

Em que X_{lab} corresponde ao valor obtido pela análise do MRC, X_v é o valor verdadeiro, fornecido no certificado e S é a unidade de desvio, que pode ser a incerteza do MRC.

A avaliação dos resultados obtidos de Z-score pode ser feita com base na seguinte tabela de pontuações abaixo representada (Relacre 13).

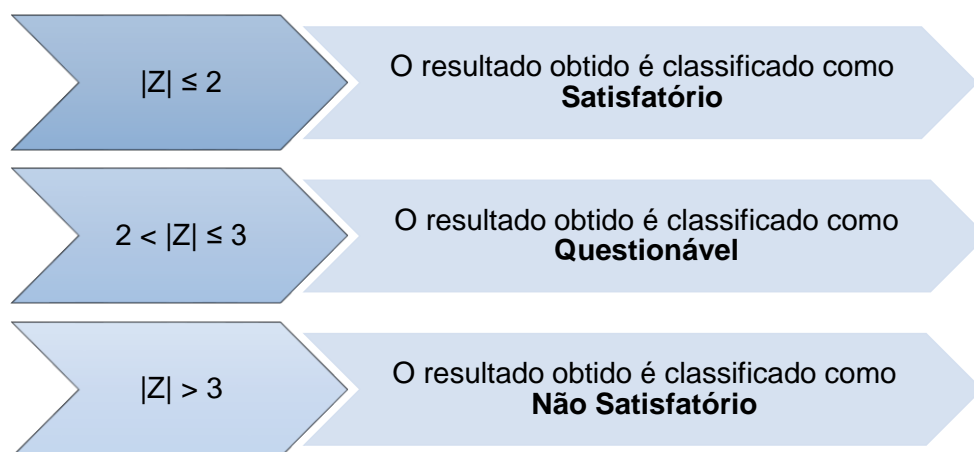


Fig. 4 - Exemplo de uma tabela de pontuações para avaliação do fator de desempenho Z (Relacre 13).

Quando o laboratório calcula a incerteza do resultado obtido, o valor verdadeiro deve estar dentro do intervalo dessa incerteza, quando isso não se verifica é calculado o **erro normalizado** através da seguinte expressão:

$$En = \frac{(X_{lab} - X_v)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (\text{Equação 4})$$

Onde X_{lab} corresponde ao valor obtido pela análise do MRC, X_v é o valor verdadeiro, fornecido no certificado, U_{lab} corresponde à incerteza associada ao valor obtido pela análise do MRC no laboratório e U_{ref} é a incerteza associada ao valor verdadeiro e que é dada no certificado do MRC.

Se o valor obtido para o erro normalizado for maior do que um, então a incerteza do laboratório foi bem estimada.

▪ Ensaaios interlaboratoriais (ECI's)

Os ensaios interlaboratoriais consistem na realização e avaliação de ensaios do mesmo material, entre diversos laboratórios, através de condições pré-determinadas. Os resultados são apenas conclusivos se estiverem presentes nos ensaios, pelo menos, cinco laboratórios.

Dependendo do objetivo a que o laboratório se propõe, existem diversos tipos de ensaios interlaboratoriais:

- **Ensaio interlaboratorial de aptidão:** destina-se à avaliação do desempenho dos laboratórios e, se executável, deve estar associado a um MRC, podendo geralmente os participantes usarem os métodos que entenderem. Em alguns países funciona como uma condição para acreditação do laboratório.
- **Ensaio interlaboratorial de normalização:** destina-se ao estudo das características de um método de análise, nomeadamente a sua reprodutibilidade e repetibilidade.
- **Ensaio interlaboratorial de certificação:** tem como objetivo obter o valor certificado para um material candidato a MRC.

Tal como uma auditoria, os resultados obtidos pelo laboratório, nos ensaios interlaboratoriais, são analisados com bastante cuidado, do que resulta um plano e calendário de ações corretivas (Relacre 3).

▪ Rastreabilidade

A rastreabilidade é a propriedade de um resultado da medição ou de um padrão, que consiste em poder relacionar-se a referências adequadas, normalmente padrões nacionais ou internacionais, por intermédio de uma cadeia ininterrupta de comparações, estando estimadas as incertezas envolvidas.

Na aceitação dos resultados em medições a padrões nacionais e internacionais, a rastreabilidade é um passo fundamental. Como tal, pretende-se que haja um elo comum que relacione o trabalho desenvolvido por diversos laboratórios possibilitando a correção dos resultados obtidos (Relacre 3).

2.2. Controlo de qualidade interno

O controlo de qualidade interno é o conjunto de ações de controlo de qualidade onde a sua implementação depende apenas da vontade e de meios do laboratório e não de um fator externo.

▪ Duplicados

Os duplicados são recomendados em análises de métodos com vários passos, mais elaborados e fontes de erro, e também para novas amostras de difícil homogeneização/estabilidade. Servem também para o treino de novos analistas, ou domínio e aprendizagem de novos ensaios.

A análise dos duplicados é efetuada através do LIMS, o sistema informático, que alerta no caso de a diferença entre os duplicados ser superior à variação permitida pelo método. Quando a variabilidade do método não é conhecida, a análise dos duplicados deve obedecer aos seguintes critérios:

- 10% do valor médio para valores $\leq 1\%$;
- 5% do valor médio para valores $> 1\%$.

Sempre que o ensaio seja realizado em duplicado, e esse resultado for questionado internamente, deve-se: anotar a lista de confirmação, por ordem crescente ou decrescente, todos os resultados obtidos e a diferença entre o valor máximo e o valor mínimo dos quatro resultados for:

- Inferior ou igual a $1,2857 \times r$ – o resultado final será a média dos 4 valores.
- Superior a $1,2857 \times r$ – o resultado final será a média aritmética dos valores que ficam a meio da escala crescente ou decrescente. Sendo r , o limite da repetibilidade do método ou limite da precisão intermédia (PCQ.04).

Sendo assim, a análise em duplicado deve ser levada como uma ferramenta de deteção de erros acidentais e de controlo da repetibilidade e é recomendado que uma parcela entre 5% a 10% do total de análises seja repetida (Relacre 3).

NP-2929.09 Det de cloretos, exp NaCl			g/100g
Massa da toma	2,1227	2,1343	g
Titulo do tiocianato	0,1000	0,1000	N
Titulo do AgNO ₃	0,0998	0,0998	N
Vol tiocianato gasto branco	9,92	9,92	ml
Vol AgNO ₃ gasto branco	10,00	10,00	ml
Vol de tiocianato gasto ensaio	6,62	6,46	ml
Vol de AgNO ₃ gasto ensaio	10,00	10,00	ml

Fig. 5 - Exemplo de um registo de duplicado numa lista de trabalho, para o método de determinação de cloretos.

▪ Amostras cegas

O objetivo das amostras cegas é conhecer a precisão dos resultados obtidos, de modo a avaliar e conhecer o desempenho dos analistas, para avaliação ou qualificação de competências (avaliação contínua e qualificação de novos colaboradores).

Estas amostras cegas são amostras em que o seu teor é conhecido pelos superiores, mas que os analistas desconhecem, é por isso necessário haver cuidado na informação fornecida aos analistas para que não haja suspeita ou dúvida perante a amostra a analisar. As amostras cegas contribuem para que os analistas melhorem a eficácia do seu trabalho. As amostras cegas podem ser Materiais de Referência Certificados (MRC) ou Materiais de Referência Internos (MRI), ou também amostras anteriormente ensaiadas (Relacre 3).

▪ Adição de padrão/Fortificação

Este método destina-se a eliminar o efeito de matriz que acontece quando algumas amostras têm composições diferentes dos padrões. A eliminação deste erro sistemático contribui para a melhoria da exatidão do resultado. No entanto, o seu emprego não garante que se consiga o verdadeiro valor, pois podem acontecer outros tipos de erro e interferências (Relacre 3).

▪ Materiais de referência internos

Os materiais de referência internos (MRI), ou de laboratório, são materiais com determinada estabilidade para permitir o controlo da precisão (no sentido da variabilidade a longo prazo), no entanto só permitem o controlo da exatidão se tiverem sido calibrados com MRC. Estes materiais devem ter de preferência uma composição e

concentração semelhantes à das amostras a analisar no laboratório. Quando não é possível obter esta semelhança, usam-se padrões sintéticos que são chamados de padrões de controlo de qualidade.

Tal como as amostras cegas, os materiais de referência internos são utilizados com maior frequência quando não existam circuitos de ensaios interlaboratoriais para um método de ensaio. Os materiais de referência internos podem ser utilizados como amostras diárias de controlo de processo (*daily process control samples* – DPCS).

Recomenda-se que a parcela de frequência da utilização dos MRI não seja inferior a 5% do total das análises nos ensaios de rotina. Esta frequência é estabelecida de acordo com as características de cada análise. Nos ensaios pouco frequentes a frequência deverá ser maior (Relacre 3).

▪ Cartas de controlo (CC)

A utilização das CC pode ser um parâmetro de controlo de qualidade interno ou de controlo de qualidade externo. A utilização das cartas de controlo contribui significativamente para o controlo de qualidade do laboratório, pois permitem visualizar o controlo contínuo sobre os resultados obtidos e detetar possíveis erros. Nas cartas de controlo podem estar registados os resultados obtidos em ensaios em branco, os resultados obtidos na análise de MRI, padrões de calibração, desvio entre duplicados, ensaios de recuperação ou, também, dados referentes a parâmetros instrumentais ou de calibração (Relacre 3).

As cartas de controlo podem se apresentar com 3 tipos básicos: as cartas de médias ou de indivíduos, as cartas de amplitude, e as cartas de somas cumulativas. O tipo de carta a usar deve ter em atenção as características que se pretendem controlar e as ações do controlo de qualidade adotadas. As mais utilizadas são as cartas de controlo médias ou de indivíduos, onde é representada a variação no tempo de um parâmetro selecionado (Relacre 3).

Ao utilizar esta carta de controlo, a ocorrência de erros é aleatória, já por isso a distribuição dos pontos em torno do valor médio (χ) segue a Lei Normal.

Na construção desta carta de controlo são necessários 20 pontos obtidos através de ensaios previamente realizados, de modo a calcular a média (χ) e o desvio padrão. A média (χ) é o valor onde se concentram os dados de uma distribuição e o desvio padrão (σ) é a medida mais comum da dispersão estatística.

Na elaboração de uma carta de controlo são apresentadas várias linhas de referência, tais como:

- A linha correspondente à média (χ);
- As linhas de $\chi \pm 1\sigma$;
- As linhas de $\chi \pm 2\sigma$, geralmente designadas como linhas de aviso;
- As linhas de $\chi \pm 3\sigma$, geralmente designadas como linhas de controlo.

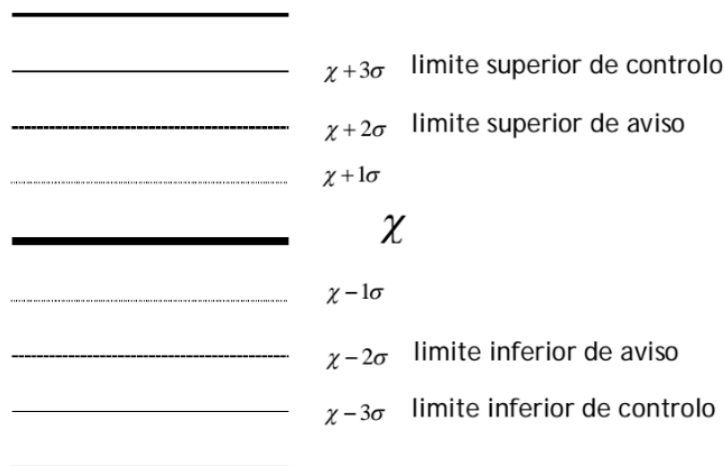


Fig. 6 - Representação das linhas de referência numa carta de controlo.

As linhas de $\chi \pm 1\sigma$ e $\chi \pm 2\sigma$ não são utilizadas nas cartas de controlo dos padrões diários de controlo dos métodos de química clássica nem nos métodos de métodos instrumentais de análises pois a performance da *Silliker* é avaliada de acordo com o definido no procedimento global aplicável (AS-SOP-008). Estas linhas são apenas colocadas nas cartas de controlo dos declives.

No entanto, existem tendências sistemáticas identificadas nas cartas de controlo que indicam uma situação fora de controlo, nomeadamente:

- Uma série de 7 ou mais pontos consecutivos a mover-se para cima ou para baixo indica, geralmente, que um equipamento está a ficar fora dos limites da calibração, cujo desempenho degrada-se com o tempo.

Um conjunto de 8 ou mais pontos consecutivos acima ou abaixo da média pode indicar uma alteração repentina das condições resultando numa nova média (PCQ.04.3).

Quando tal se verifica é necessário que o analista alerte sempre o responsável técnico que deve analisar as causas, definir correções e implementar as ações corretivas adequadas à dimensão da não conformidade detetada.

As cartas de controlo são utilizadas no controlo de equipamentos automáticos, na validação de calibrações, no controlo de precisão e exatidão da técnica e também no controlo das operações inerentes à realização do método de ensaio.

Na carta de controlo deve estar registado o procedimento a adotar, o equipamento, a data de elaboração, o período de realização do método de ensaio e a rubrica do analista (PCQ.04.3).

3. Gestão de equipamentos de medição e ensaio

Os equipamentos que estão ao serviço do laboratório são sujeitos a um controlo para que não haja problemas na execução dos métodos de ensaio de laboratório. O laboratório deve definir e implementar programas de manutenção e calibração que cumpram as condições do fabricante, as características do equipamento, a frequência e o tipo de utilização. Devem ser registados os motivos que levam à opção de calibração ou verificação do equipamento, como tal, todo o equipamento que necessitar de calibração, reparação ou manutenção deverá ser identificado como fora de serviço para que não haja utilização em nenhum ensaio e assim não comprometer resultados (OGC004;PGQ.16).

A manutenção pode ser feita pelo laboratório ou por uma entidade externa. O laboratório dispõe de uma série de procedimentos de utilização a seguir para cada tipo de equipamento, aquando necessário uma calibração, verificação e/ou manutenção.

Todos os equipamentos de medição e ensaio utilizados no laboratório estão devidamente identificados através de um número, sendo que todos têm uma ficha de equipamento associada, com a seguinte informação:

- N.º da ficha do registo de equipamento;
- Designação do aparelho e do seu software;
- Nome do fabricante e vendedor;
- Identificação da marca, modelo e n.º série;
- Data de aquisição e data de entrada ao serviço;
- Localização do equipamento no laboratório;
- Procedimento de utilização do equipamento;
- Aparelhos periféricos (quando aplicável).

As calibrações externas, por entidades competentes, são feitas quando o responsável técnico ache recomendado para que se cumpra os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 ou procedimentos internos. Para tal, é necessário ter em conta os seguintes pontos:

- A importância direta do equipamento nos resultados de ensaio;
- Referência no método de ensaio à utilização de equipamento calibrado;
- Outros dados que possa ter importância na atividade do laboratório ou influência na definição do planeamento das calibrações (PGQ.16).

A periodicidade de todas as calibrações é estabelecida pelo laboratório, de modo a garantir que o equipamento cumpra com o Erro Máximo Admissível (EMA) durante o intervalo entre calibrações. Entende-se por EMA o valor do erro de medição relativamente a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição (VIM 2012).

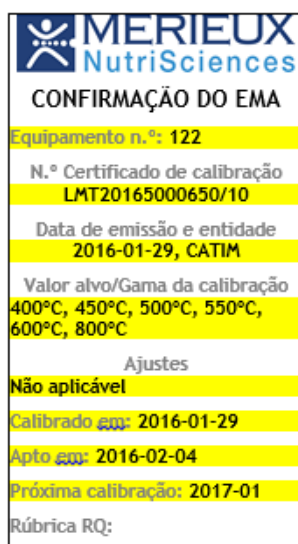


Fig. 7 - Representação de uma etiqueta de confirmação do EMA de um equipamento.

Quando um equipamento necessita de calibração, verificação e manutenção ou reparação, este é imediatamente etiquetado de modo a que toda a equipa do laboratório tenha conhecimento.

Para além das calibrações externas, o laboratório deve efetuar também, verificações intermédias para que possa conhecer do estado do seu equipamento e a sua capacidade de utilidade. Estas verificações devem ser realizadas dependendo de vários fatores, tais como:

- Experiência prévia através da análise de calibrações anteriores;
- Recomendações do fabricante;
- Dados indiretos sobre o comportamento do equipamento (manutenção, comparações, interlaboratoriais, entre outros);
- Frequência, tipo e condições de uso do equipamento;
- Condições ambientais (temperatura, humidade, vibração)
- Grau de exatidão pretendido (OGC002).

Qualquer situação anómala que possa ser identificada num equipamento deverá ser registada num documento devidamente identificado e o equipamento será colocado

fora de serviço até à sua reparação. Logo após a sua manutenção, este deverá ser avaliado através de uma calibração ou ensaio em que se possa comprovar que está a funcionar corretamente (Seabra e Barros, João).

3.1. Instrumentos de medição e monitorização de temperaturas

A análise dos alimentos requer diversas operações que necessitam que os laboratórios tenham os recursos adequados para o seu aquecimento, arrefecimento, refrigeração e congelação. O armazenamento das amostras também é muito valorizado visto que certos alimentos necessitam de estar refrigerados ou congelados. Assim, a monitorização das temperaturas tem de ser exigente e é necessário assegurar o controlo das temperaturas (equipamentos, ambiente, entre outras) para que a qualidade dos resultados não seja posta em causa.

A influência das temperaturas está presente em todos os ensaios realizados, pois são sempre utilizados equipamentos de controlo da temperatura desde câmaras frigoríficas para o armazenamento de amostras até aos equipamentos utilizados em vários métodos, como muflas, estufas, banhos, entre outros.

O laboratório utiliza as sondas de temperatura para a monitorização das temperaturas dos frigoríficos, banhos, muflas, estufas entre outros.

Para aqueles instrumentos que tenham associados sondas de temperatura, estes devem ter um controlo periódico para garantir que cumprem com os parâmetros definidos pelo ensaio (OGC002).

Estes equipamentos têm como função monitorizar valores de temperatura com influência no resultado final, armazenamento de produtos com temperaturas específicas (frigoríficos e congeladores), execução de métodos que têm que ter associado a cada equipamento utilizado uma sonda de temperatura associada (estufas e muflas).

As verificações destas sondas de trabalho são realizadas anualmente, com recurso a sondas calibradas externamente.

Para que se perceba melhor o processo de calibração e verificação a distinção entre equipamento de referência e equipamento de trabalho é importante.

O equipamento de referência é um equipamento com calibração rastreável e com uma incerteza suficientemente baixa e considerada aceitável para medições das temperaturas. Estes são calibrados externamente por um laboratório competente e acompanhados por um certificado de calibração onde é estabelecida a incerteza e o erro da medição.

O equipamento de trabalho é utilizado em estufas, banhos, frigoríficos, muflas entre outros, com a função de monitorizar a temperatura, para efeitos de registo e controlo (PCE.08).

3.1.1. Calibrações

A calibração é uma operação que, dentro de condições especificadas, estabelece uma relação entre os valores e incertezas de medição fornecidos por padrões e indicações correspondentes, com as suas incertezas associadas (PCE.08).

A calibração é importante para a qualidade no processo produtivo e proporciona muitas vantagens tais como a confiança nos resultados e a prevenção de possíveis erros em ensaios. Como tal, deve-se realizar calibrações em todos os equipamentos que possam ter influência na exatidão ou validade dos ensaios. Deverá existir, no laboratório, um documento onde conste um procedimento que designe a periodicidade das calibrações. Este procedimento deverá ter em atenção o tipo de equipamento, a análise da tendência conforme os dados de calibrações anteriores, o histórico de uso e manutenção e as comparações com a periodicidade de equipamentos similares (Consultado em <https://www.agsolve.com.br/dicas-e-solucoes/a-importancia-da-calibracao-e-manutencao-de-equipamentos>).

As calibrações que sejam feitas externamente são realizadas por entidades competentes, ou seja:

- laboratórios que sejam acreditados pelo IPAC e que sejam identificados pelo Símbolo de Acreditação nos certificados emitidos;
- laboratórios que sejam acreditados por um dos organismos de acreditação signatários do Acordo Multilateral da EA ou ILAC e, também, identificados pelo respetivo logótipo de acreditação.

As calibrações internas devem cumprir com os requisitos acima referidos, ou seja, idênticos aos de um laboratório de calibração acreditado. No entanto, durante as auditorias do IPAC, as informações sobre as calibrações feitas internamente devem estar disponíveis no decorrer da avaliação. No caso de existirem instrumentos de medição ou padrões sujeitos a operações de controlo e usados para ensaios acreditados, é necessário que estes sejam calibrados por entidades competentes.

Esta calibração instrumental deve ser feita quando existe influência direta ou significativa no resultado do ensaio. Na área dos métodos instrumentais de análise química procede-se à calibração analítica, juntamente com a análise de amostras.

A rastreabilidade faz parte dos requisitos técnicos e está relacionada com os padrões utilizados nas calibrações dos equipamentos e dos padrões de referência do laboratório, das verificações intermédias e do transporte, armazenamento, manuseamento e utilização. Sendo assim, a calibração dos equipamentos deverá garantir esta rastreabilidade no Sistema Internacional de Unidades, através de uma cadeia de calibrações ou comparações que os relacionem a padrões primários relevantes das unidades SI (Seabra e Barros, João).

O laboratório recorre a laboratórios de calibração competentes (acreditados e com os ensaios/calibrações dentro do seu âmbito de acreditação), para as calibrações periódicas dos equipamentos de medição, sempre que possível. É elaborado anualmente um programa de gestão para todos os equipamentos sujeitos a calibração/verificação externa.

Os termohigrómetros, os frigoríficos, as sondas de temperatura de referência relativas a banhos, estufas e muflas e as sondas digitais de frio existentes no laboratório são equipamentos calibrados externamente com recurso a um fornecedor devidamente qualificado (laboratório competente).



Fig. 8 - Exemplo de uma sonda calibrada com a etiqueta de confirmação do EMA.

A aceitação da calibração externa é feita com base na análise do certificado de calibração externa fornecido pela entidade competente para que se perceba se o equipamento está apto ou não para o seu funcionamento.

3.1.2. Verificações

3.1.2.1. Anualmente

Os equipamentos sujeitos a calibração externa (assim como outros equipamentos não sujeitos a estas operações) têm definido em procedimentos próprios as metodologias e a periodicidade das suas verificações internas.

Estas verificações são feitas de modo a garantir a sua adequabilidade à função que desempenham e são registadas em impressos próprios. Os equipamentos e padrões utilizados nas verificações internas são armazenados em local adequado e em condições que não afetem o seu estado de funcionamento ou conservação, são certificados e/ou calibrados por organismos competentes e só são utilizados com esse fim (PGQ.16).

Os **termohigrómetros** são verificados anualmente utilizando um termohigrómetro de referência. Estes são colocados todos juntos (de referência e de trabalho) e deixados a estabilizar durante, pelo menos, três horas. São registados, num intervalo de tempo de 10 minutos, três valores de temperaturas lidos no registo da verificação para cada um dos equipamentos a verificar. Regista-se também a temperatura dada pelo equipamento de referência.

As **sondas de temperatura para banhos e estufas** são verificadas anualmente recorrendo a uma sonda de temperatura de referência. Para as sondas de temperatura associadas a equipamentos, a verificação é feita da seguinte forma: são colocados os sensores dos equipamentos de trabalho e referência lado a lado e deixa-se que a temperatura estabilize durante cerca de dez minutos e, num intervalo de 5 minutos, regista-se 3 valores de temperaturas para cada um dos equipamentos a verificar. Regista-se, também, a temperatura dada pelo equipamento de referência. Para as sondas de temperatura não associadas a equipamentos, a verificação é feita da seguinte forma: as sondas são colocadas lado a lado num banho, juntamente com a sonda de temperatura de referência, durante cerca de dez minutos para que a temperatura estabilize. Após este período, e num intervalo de 5 minutos, regista-se 3 valores de temperaturas para cada um dos equipamentos a verificar. Regista-se também a temperatura dada pelo equipamento de referência.

As **sondas de temperatura das muflas** são verificadas anualmente. Esta verificação passa por colocar os sensores de trabalho e referência o mais próximo

possível um do outro e deixa-se estabilizar as temperaturas durante, pelo menos, trinta minutos. Após este período, e num intervalo de tempo de dez minutos, regista-se três valores de temperatura para cada um dos equipamentos a verificar. Regista-se também a temperatura dada pelo equipamento de referência.

As **sondas digitais de frio** (fig.9) são verificadas, também, anualmente. A verificação destas passa por colocar os sensores dos equipamentos de trabalho e de referência lado a lado e deixa-se estabilizar as sondas até às temperaturas normais de utilização. Depois de estabilizar regista-se, num intervalo de tempo de dez minutos, três valores de temperatura para cada um dos equipamentos a verificar. Regista-se também a temperatura dada pelo equipamento de referência.



Fig. 9 - Representação de uma sonda de trabalho utilizada para os frigoríficos (Imagem retirada da web).

No final é colocada uma etiqueta de verificação interna no equipamento ou no local onde o equipamento está normalmente a ser utilizado.

As metodologias anteriormente mencionadas aplicam-se, também, aos seguintes equipamentos: banhos termostatzados, estufas, câmaras frigoríficas, evaporadores rotativos, muflas, frigoríficos, entre outros.

As temperaturas indicadas nos mostradores dos equipamentos são apenas para indicação. Os visores destes equipamentos estão etiquetados como “Apenas para indicação”.

As verificações anuais das sondas de trabalho servem, também, para monitorizar estes equipamentos. Para estes equipamentos não se fazem etiquetas das verificações internas (PCE.08).

No impresso relativo ao tratamento dos resultados das verificações internas deve-se:

- Identificar o certificado de calibração do equipamento de referência, usado como padrão.
- Registrar a maior incerteza obtida na calibração externa.
- Registrar a gama de temperatura de trabalho (exemplo: estufa X trabalha a $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$. Quando se verifica a sonda de trabalho, associada a este equipamento, a gama de trabalho é 101°C a 105°C).
- Registrar o valor alvo e a tolerância (na estufa X, por exemplo, deve-se registar $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$).
- Registrar a data de realização da verificação.
- No campo destinado ao tratamento dos resultados deve-se identificar o equipamento de referência, o equipamento de trabalho e os valores obtidos nas três leituras.
- Caso o campo destinado à avaliação identifique a necessidade de “Calcular Fator de Correção” este é automaticamente calculado.
- Estes dados são registados na etiqueta suportada pelo impresso.
- A etiqueta é afixada em cada um dos equipamentos verificados ou no local onde estão normalmente em utilização ou guardados (PCE.08).

Na verificação interna anual das temperaturas das sondas de trabalho é necessário que estas e a sonda de referência estejam às temperaturas normais de utilização das sondas de trabalho. Para uma câmara frigorífica que funcione a $5 \pm 3^\circ\text{C}$, os resultados obtidos na verificação interna da sua sonda de trabalho estão representados na tabela 4.

Tabela 4 - Representação de resultados obtidos das três leituras lidas pela sonda de trabalho e pela sonda de referência, com média e erro associado.

	Sonda de referência ($^\circ\text{C}$)	Sonda de trabalho ($^\circ\text{C}$)	
		Leitura	Erro
	5,4	5,1	0,3
	6,0	6,7	-0,7
	6,3	6,1	0,2
Média	5,9	6,0	-0,1

O erro em cada leitura, é calculado subtraindo o valor lido da sonda de trabalho ao valor lido na sonda de referência, sendo que, na última linha apresenta-se a respetiva média, das temperaturas e do erro.

No tratamento das verificações internas também é calculado a(o):

- Soma do |Erro| + |Incerteza| (°C);
- Amplitude de medição (°C);
- EMA (°C);
- Fator de correção (°C);
- Temperatura real, que é a média das temperaturas de trabalho mais o erro médio de medição.

Tabela 5 - Representação de resultados obtidos dos valores de temperatura lidos na sonda de trabalho e referência.

Incerteza (°C)	Média do erro da medição (°C)	Erro + Incerteza (°C)	Gama da temperatura (°C)	Amplitude da medição (°C)	EMA (°C)	Temperatura real (°C)
0,079	-0,1	0,1	2 a 8	3	0,6	5,9

A incerteza utilizada nos cálculos corresponde à maior incerteza obtida na calibração externa da sonda de referência. A amplitude da medição é baseada na gama de temperatura, que neste caso é de 2°C a 8°C, e o valor de tolerância é de (5 ± 3) °C, logo a amplitude de medição será de 3 De acordo com o procedimento interno do grupo Mérieux NutriSciences AS-SOP-013 (*Equipment and instrument calibration and verification*), o erro máximo admissível para estas verificações é 1/5 da amplitude de medição.



Verificação interna
Equipamento:
1910
Equipamento de referência:
102D
Certificado de calibração, entidade e emissão:
LMT20155007196/10, CATIM, 2015-07-16
Valor alvo e tolerância (°C):
5±3
Fator de correção (°C):
NA
Data de verificação:
mar-16
Próxima verificação:
mar-17
Aprovado por:
André Oliveira
IQ.259.0

Fig. 10 - Representação de uma etiqueta de uma verificação interna.

Conforme representado na figura 11, o campo relativo ao equipamento corresponde ao número da sonda de trabalho associada ao equipamento e o equipamento de referência corresponde ao número da sonda de referência utilizada para a verificação. O certificado de calibração, entidade e emissão corresponde ao certificado de calibração externa realizado por uma entidade competente, incluindo a data de emissão do relatório da calibração.

No parâmetro do valor alvo e tolerância (°C) está representada a gama utilizada para o equipamento. O fator de correção (°C) tem em atenção o $|\text{Erro}| + |\text{Incerteza}|$ (°C) e o EMA (°C). Sendo o $|\text{Erro}| + |\text{Incerteza}|$ (°C) \leq EMA, não é necessário calcular o fator de correção, se a condição anterior não se verificar, deve-se registar o fator de correção determinado.

A data de verificação representa a data em que se realizou a verificação, assim como a próxima verificação indica qual o mês e o ano em que se realiza a próxima verificação.

No final, indica-se o nome do responsável pela qualidade ou quem fica responsável por efetuar a aprovação desta verificação.

Anualmente é elaborado um programa de gestão de equipamentos onde está referenciada toda a informação relativa às manutenções programadas de todos os equipamentos.



Manutenção de Equipamento

Equipamento: *Analítico*

Frequência: *Quinze dias sempre que necessário*

N.º: *454*

Procedimento: *PLG.14*

Localização: *Cocceda Control*

Responsável: *M. Glória*

Data	Assinatura
<i>8/1/16</i>	<i>M. Glória</i>
<i>11/2/16</i>	<i>M. Glória</i>
<i>2/3/16</i>	<i>M. Glória</i>

Data	Assinatura

Fig. 12 - Representação de impresso de registo de manutenção de um equipamento.

4. Auditorias

As auditorias representam um dos requisitos de gestão da norma NP EN ISO/IEC 17025 sendo, por isso, fundamentais para o laboratório.

As auditorias têm como objetivo determinar a conformidade dos elementos do sistema com os requisitos especificados, isto é, melhorar/controlar os métodos e processos, permitindo assim, e sempre que possível, identificar atividades que necessitem de ações corretivas.

Existem três tipos de auditorias, auditorias de primeira, de segunda e de terceira parte. A auditoria de primeira parte é realizada pela própria organização ao seu sistema (onde se incluem as auditorias técnicas focadas na realização dos ensaios), procedimentos e instalações. A auditoria de segunda parte é efetuada por um cliente ao fornecedor ou subfornecedor. Uma auditoria de terceira parte é realizada por um organismo externo e independente e resulta normalmente num reconhecimento, como por exemplo o IPAC. Estas últimas concedem a certificação ou registo de conformidade de acordo com requisitos como os da ISO 9001 (NP EN ISO 9000). As auditorias de segunda e terceira parte são, também, designadas como auditorias externas.

4.1. Auditorias internas

A decisão da realização das auditorias internas é da própria empresa, recorrendo a elementos próprios ou contratados para o efeito. Estas auditorias têm como objetivo a identificação de atividades que necessitem de ações corretivas. Pretende-se, assim, melhorar o desempenho e ir ao encontro dos requisitos normativos aplicáveis.

Sendo um laboratório acreditado, é necessário a realização de auditorias internas anuais de forma a respeitar o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 devendo, por isso, existir um plano anual de auditorias internas que abranja os requisitos do dado referencial.

O auditor deve ter conhecimentos de qualidade e do método em causa. Deve previamente elaborar um plano de auditoria e, depois de finalizada a auditoria, deve preparar um relatório da mesma. No relatório devem ser evidenciados que todos os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 são cumpridos e registadas todas as constatações da auditoria (não conformidades e/ou oportunidades de melhoria) para, posteriormente, serem promovidas as ações corretivas e/ou preventivas que se adequem às constatações.

Todos os relatórios de auditoria devem evidenciar, no mínimo, os seguintes elementos:

- Data de realização da auditoria;
- Identificação da equipa auditora;
- Equipamentos, documentos e outros registos auditados.

4.2. Resultados das auditorias realizadas

Para auditar um método é necessário conhecê-lo, ter conhecimento de toda a metodologia, pontos críticos e procedimentos de controlo de qualidade associados ao mesmo. De modo, a conseguir a familiarização com os métodos foi fundamental passar, aproximadamente, dois dias com a analista que o executa.

As auditorias internas, realizadas, foram divididas em duas partes: presencial e vertical. A presencial, como o próprio nome indica, é o acompanhamento da realização do método. Após esta auditoria o auditor pode constatar/evidenciar se todos os passos do método são os mais adequados e respeitam as metodologias definidas. A vertical, consiste na verificação da rastreabilidade dos resultados produzidos (desde a preparação da amostra até à emissão do boletim analítico).

Foram auditados 15 métodos no laboratório de química clássica e 2 no laboratório de métodos instrumentais de análise.

No laboratório de química clássica foram auditados os seguintes métodos:

- NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
- DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurido.
- EN ISO 1735:2004 *Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).*
- ISO 1736:2008 *Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).*
- ISO 1211:2010 *Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).*
- NP 702:1991 Iogurte. Determinação do teor da matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
- EN ISO 20483:2013 *Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.*

- NP 1509:1985 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
- NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.
- NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
- NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
- NP 2929:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
- PAFQ.060.1 Géneros alimentícios, Determinação do teor de cinza total.
- PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
- PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso escorrido em conservas

No laboratório de métodos instrumentais de análise foram auditados os seguintes métodos:


- PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C pelo método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
- PAFQ.136.0 Géneros alimentícios. Determinação do ácido sórbico e do ácido benzoico por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).


4.2.1. Auditorias técnicas no laboratório de química clássica


4.2.1.1. Auditoria ao método NP ISO 6492:2014 Determinação do teor de matéria gorda em alimentos para animais.


O resumo da norma seguinte, reagentes e equipamentos utilizados encontram-se apresentados no Anexo 1.


Tabela 6 - Relatório de auditoria ao método NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b) NP ISO 6492:2014 c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 1 Alimentos para animais – Normas, Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista na capa das Normas, com a data de 2016-02-18 e registada no IQ.11.5 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		A analista realiza o procedimento com metade das massas/volumes descritos. A analista não adiciona nenhum adjuvante de filtração.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a1) Amostra n.º11141 e 11142 b1) Lista de trabalho n.º2016/006444 c1) Balança 2A, Soxtec 117B, Estufa 14B, Sonda 86AG associada ao equipamento 14B, Baterias de placas de aquecimento 52B e 52C, Evaporador rotativo 30B, Sonda 86CM associada ao equipamento 30B, Timers matérias gordas: 192G, 192H, 192S, 192U, Moinho ultra-centrífugo 130B, Conta-minutos 59AG, Sistema de purificação de água 93A a2) Amostra n.º13426 b2) Lista de trabalho n.º2016/007819 c2) Balança 2A, Soxtec 117B, Estufa 14B, Sonda 86AG associada ao equipamento 14B, Baterias de placas de aquecimento 52A, Timers 192A e 192B, Conta-minutos 59AG, Sistema de purificação de água 93A
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			Os resultados são introduzidos diretamente da lista de trabalho para o LIMS.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação,	X			a1) Verificado o IQ.13.2 Ficha de registo do equipamento (FRE) n.º2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º30 - Evaporador rotativo. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º117 -


		Relatório de auditoria técnica - Química		Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
calibração e verificação (se aplicável)				Soxtec Avanti. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º52 - Baterias de placas de aquecimento. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º192 - Timers Matérias Gordas. Verificado IQ.13.1 FRE n.º58 - Cronómetro de referência - KO - Constatou-se que este equipamento está registado numa revisão já obsoleta (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 168/Q/Mar2016). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 59 - Conta-minutos. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 130 - Moínho ultra-centrífugo. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 93 - Sistem de purificação de água. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (d1; d2; d3; d4)		a1) Estufa 14B b1) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/90A(*) emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-06-02. Próxima calibração a 2016-04. Constatou-se que a etiqueta da confirmação EMA (IQ.146.3) não evidenciava os dados deste certificado de calibração. Em 2015-05-22 o CATIM emitiu o certificado de calibração n.º LMT20155004261/90, no entanto no decorrer da aceitação o RQ detetou que o fornecedor se enganou na data da calibração do equipamento. Constava a data de 2014-04-23, porém a calibração foi efetuada em 2015-04-23. O RQ alertou o fornecedor para proceder a esta alteração. Após receção do certificado de calibração corrigido, o RQ não considerou necessário a alteração dos dados da etiqueta da confirmação do EMA. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-02-02 e 2016-03-30.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>c1) NA; d1) O procedimento PEQ.13.1 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p> <p>a2) Sonda 86AG associada ao equipamento 14B</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86AG: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p> <p>a3) Evaporador rotativo 30B</p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.40.0 Evaporador rotativo.</p> <p>c3) NA. d3) O procedimento PEQ.40.0 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p> <p>a4) Sonda 86CM associada ao equipamento 30B</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sondas de referência utilizadas na verificação da sonda 86CM: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16 com certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28 com certificado de calibração n.ºLMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto a 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação:</p>


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				Setembro de 2015, próxima verificação a Março de 2016. Equipamento limpo - OK c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente. a5) Baterias de placas de aquecimento 52A, 52B e 52C b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. c5) NA. d5) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Proveta de plástico de 100 ml, pipeta volumétrica de 25 ml e balão volumétrico de 250 ml. b) Certificados de lote: Pipeta volumétrica de 25 ml - Lote B-15 - OK Balão volumétrico de 250 ml - Lote C-15 - OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?		X(d)		a) Balança 2A b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/20, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.1B e IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-02-18, 2016-02-19, 2016-03-29, 2016-03-30

		Relatório de auditoria técnica - Química		Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças Mensal - 2016-02-05. Equipamento limpo – OK</p> <p>c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06; IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16; IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) Desde o dia 2016-02-24 a balança 2A é verificada, diariamente, com as massas de 1 g, 10 g e 100 g, ou seja, a massa de 5 mg, anteriormente utilizada, foi substituída pela massa de 1 g.</p> <p>d2) Desde 2016-03 não é realizada a verificação mensal das balanças. Até à data da auditoria as constatações das alíneas d1) e d2) ainda não tinham sido efetuadas no procedimento PEQ.36.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b2; d2; d3; d4)		<p>a1) Soxtec Avanti 117B</p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.74.1 Soxtec Avanti. IQ.262.0 Registo de ensaios em branco - Manutenção de equipamento - OK, IQ.143.2 Registo de ensaios em branco - Controlo de reagentes/consumíveis - OK. c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Conta-minutos 59AG</p> <p>b2) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. Verificado em 2015-10-07 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos). Próxima verificação: 2016-10. De acordo com a Norma a secagem do resíduo deverá der de (10±0,1) min, ou seja, 10min±6seg, no entanto constatou-se que o laboratório tem definido como EMA ± 60segundos/hora, ou seja, 10 segundos. Equipamento limpo - OK. c2) NA; d2) KO - O procedimento relativo a este equipamento PCE.15.4 de 2005-04-04, não se encontra atualizado perante a metodologia que é realizada pelo laboratório. Em falta encontra-se a metodologia da utilização e manutenção do equipamento (não</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 169/Q/Mar2016).</p> <p>a3) Cronómetro de referência 58</p> <p>b3) Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Equipamento limpo.</p> <p>c3) NA. d3) KO - O procedimento relativo a este equipamento, PCE.12.6 Cronómetro de referência de 2008-04-01, não se encontra atualizado perante a metodologia que é realizada pelo laboratório, ver NC 169/Q/Mar2016.</p> <p>a4) Timers 192G, 192H, 192S e 192U</p> <p>b4) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação dos timers: cronómetro n.58. Verificado o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta-minutos. 192G e 192H: Verificados em 2015-10-01. Próximas verificações em 2016-10. 192S: Verificado em 2016-02-02. Próxima verificação em 2017-02. 192U: Verificado em 2015-04-30. Próxima verificação em 2016-04. Equipamento limpo - OK. c4) NA. d4) KO - O procedimento relativo a este equipamento PCE.15.4 de 2005-04-04, não se encontra atualizado (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 169/Q/Mar2016).</p> <p>a5) Moínho ultra-centrífugo 130B</p> <p>b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. Última verificação realizada em 2015/12 (amostra n.º 2015/088051). RSD = 0,31% < 2% - OK. Equipamento limpo - OK</p> <p>c5) IQ.271.2 - Validado em 2016-01-19. d5) Sim.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				a6) Sistema de purificação de água 93A - (leito misto, água do Tipo 2) b6) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.56.0 Gestão do sistema de purificação da água. Verificado o IQ.98.4 Controlo da condutividade da água desionizada - Diário. MANUTENÇÃO: Última troca de resinas efetuada e registada no IQ.98.4. c6) NA. d6) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (lote: 15L100515). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-01-06. a2) e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico a 37% (lote: 15L230520). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2015-12-31. a3) e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de sódio anidro (lote: 482142). Verificado o IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta. a4) e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da acetona (lote: STBF9143V). Verificado o certificado de análises da Sigma com a data de 2015-12-09. Os reagentes verificados correspondem aos utilizados nos dias 18 e 19 de Fevereiro.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.			X	Este método encontra-se em fase de validação. Até à data ainda não sido finalizado o procedimento da validação do método. Este método ainda não está a ser efetuado para clientes (só após auditoria IPAC).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 324 b) Lista de trabalho n.º2016/000438 c) Boletim analítico n.º4402/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável):	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04,

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Fórmula: Teor de gordura = $[(10 \times (V4213 - V4211)) / V4209 + (V4214 - V4212) / V4210 \times (V4215 / V4209)] \times 100$ V4209: Massa da toma para cartucho V4210: Massa da toma para hidrólise V4211: Massa balão (9.2) V4212: Massa copo (9.5) V4213: Massa do balão e gordura (9.2) V4214: Massa do copo e gordura (9.5) V4215: Massa do resíduo Ensaio 1: Teor de gordura = $[(10 \times (1 - 1)) / 1 + (39,0209 - 38,9346) / 5,2423 \times (1/1)] \times 100 = 1,64 \text{ g/100g}$ $\approx 1,6 \text{ g/100g}$ Ensaio 2: Teor de gordura = $[(10 \times (1 - 1)) / 1 + (42,6937 - 42,6146) / 5,0925 \times (1/1)] \times 100 = 1,55 \text{ g/100g}$ $\approx 1,6 \text{ g/100g}$ b) O teor de gordura é expresso em gramas por 100 gramas. O arredondamento é feito com uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1D. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?	X			a) OK. b) OK - Bipea A.A - Novembro 2015 (2015/077121); Bipea A.A - Dezembro 2015 (2015/085671 e 85672); Bipea A.A - Janeiro 2016 (2016/000324). Bipea A.A - Fevereiro 2016 (2016/005706) e (2016/005698). c) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 6492:2014. Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?				
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?		X(a)		a) O DPCS utilizado pela analista é o Soyflour (Barcode: PR1210-FEV16). Constatou-se que os resultados deste padrão são de aproximadamente 9 g/100g. Tendo em conta que a metodologia do método é diferente para amostras com teores de gordura superiores a 20 g/100g, não foi evidenciado a existência de um DPCS para este tipo de amostras e teores. b) OK. c) NA. Ainda só foram realizados 5 ensaios. d) NA

Nota 1: As siglas C, NC e NA representam, respetivamente, conforme, não conforme e não aplicável.

Ao longo desta auditoria foi constatado que a analista não cumpre com o descrito na norma, usando apenas metade das massas e dos volumes descritos. Quando na norma define 20g de amostra, 10g de sulfato de sódio anidro e a diluição do extrato num balão volumétrico de 500ml e retirar 50ml a analista apenas utilizada 10g de amostra, 5g de sulfato de sódio anidro e a diluição é feita num balão volumétrico de 250ml e é retirado 25ml para evaporar. No entanto, considera-se que esta alteração de massas e volumes não tem interferência no resultado final.

Lista de Trabalho N° 2016/006444

EGI

DATA : 2016/02/22 às 09:42

NOME :

CÓDIGO : 000062

AMOST.	MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.
--------	--------	-----------	-----------	-------

11141	NP ISO 6492zzz	Det do teor de gordura	(B4) (B12)	g/100g
-------	----------------	------------------------	------------	--------

VETERINA-PRIMA - QUÍMICA

Massa da toma para cartucho	12,4368	10,1000	g
-----------------------------	---------	---------	---

Massa da toma para hidrólise	5,0615	5,0951	g
------------------------------	--------	--------	---

Massa do balão (9.2)	63,8074	62,1069	g E-B1/B2
----------------------	---------	---------	-----------

Massa do copo (9.5)	37,3788	43,5939	g (P13)
---------------------	---------	---------	---------

Massa do balão e gordura (9.2)	64,2003	68,4971	g
--------------------------------	---------	---------	---

Massa do copo e gordura (9.5)	33,6535	43,8365	g
-------------------------------	---------	---------	---

Massa do resíduo	15,1070	15,4350	g
------------------	---------	---------	---

11142	NP ISO 6492zzz	Det do teor de gordura	45,5 (W5) (PS) 15,7	g/100g
-------	----------------	------------------------	---------------------	--------

VETERINA-PRIMA - QUÍMICA

Massa da toma para cartucho	10,0325	10,1305	g
-----------------------------	---------	---------	---

Massa da toma para hidrólise	5,0397	5,3058	g
------------------------------	--------	--------	---

Massa do balão (9.2)	61,9308	57,0026	g
----------------------	---------	---------	---

Massa do copo (9.5)	34,3370	38,8259	g E-B3/B4
---------------------	---------	---------	-----------

Massa do balão e gordura (9.2)	62,1652	57,1998	g
--------------------------------	---------	---------	---

Massa do copo e gordura (9.5)	34,8232	38,8083	g
-------------------------------	---------	---------	---

Massa do resíduo	14,9541	15,0241	g
------------------	---------	---------	---

20,9	20,6
------	------

P-3 na 1.2343

3-24

E-14 B

Fig. 13 - Lista de trabalho relativa ao método NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.

A norma faz referência à necessidade de utilizar um adjuvante de filtração, contudo, a analista não utilizou nenhum tipo de adjuvante durante o procedimento. Constatou-se também que o procedimento relativo às estufas e à medição e monitorização das temperaturas não se encontravam atualizados, visto que a verificação é descrito como sendo feita semestralmente, no entanto, é realizada anualmente.

No que diz respeito às massas, verificou-se que a balança 2A é verificada com as massas de 1g, 10g e 100g e não com a de 5g (que foi substituída pela de 1g) como anteriormente. Nas verificações das balanças já não é realizada a verificação mensal desde março de 2016. Estas alterações ainda não tinham sido efetuadas no procedimento relativo aos instrumentos de pesagem.

De acordo com a norma, a secagem do resíduo devia ser de $10 \pm 0,1$ min, ou seja, $10 \text{ min} \pm 6$ segundos, no entanto o laboratório tem definido como EMA ± 60 segundos por hora, ou seja, 10 segundos. Seguindo esta constatação, verificou-se também que o procedimento do cronómetro e do conta-minutos e do cronómetro de referência não se encontrava atualizado.

O DPCS utilizado pela analista não é o mais indicado para este método, visto que foi constatado que os resultados deste padrão são de aproximadamente 9g/100g, mas a metodologia deste método é diferente para amostras com teores de gordura superiores a 20g/100g e não foi evidenciada a existência de um DPCS para este tipo de amostra e teor.

4.2.1.2. Auditoria ao método DL N.º37/2004 produtos da pesca e aquicultura, congelados/ultracongelados. Determinação do peso líquido escorrido.

Ao longo da auditoria verificou-se que a analista cumpria com todos os pontos do decreto de lei. Os registos e documentos dos equipamentos estavam atualizados e as etiquetas devidamente colocadas. No entanto, constatou-se que o método já não é validado há mais de 5 anos.

Para este método não existem ensaios interlaboratoriais nem DPCS associados.

4.2.1.3. Auditoria aos métodos para determinação do teor de matéria gorda

Foram realizadas auditorias aos métodos de determinação do teor de matéria gorda: EN ISO 1735:2004 *Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*; ISO 1736:2008 *Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*; ISO 1211:2010 *Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)* e NP 702:1991 Determinação do teor de matéria gorda, técnica de Rose Gottlieb, processo de referência em iogurtes. Sendo estes métodos semelhantes as constatações são as mesmas.

Verificou-se que nestas auditorias a analista não efetuou a rastreabilidade na lista de trabalho dos equipamentos utilizados. Constatou-se também que o valor do ensaio em branco não estaria a ser considerado no cálculo da matéria gorda.

4.2.1.4. Auditoria ao método EN ISO 20483:2013 *Cereals and pulses. Determination of nitrogen content and calculation of the crude protein content Kjeldahl method.*

No decorrer desta auditoria constatou-se que a analista tinha uma cópia da norma que não se encontrava atualizada, tratava-se da norma da revisão anterior, EN ISO 20483:2006. Verificou-se também que o método necessita de ser validado, não tendo sofrido qualquer validação há mais de 5 anos.

A norma define que o resultado do teor de azoto deve ser expresso com duas casas decimais, contudo nos cálculos introduzidos no LIMS, o resultado sai expresso com apenas uma casa decimal.

4.2.1.5. Auditoria ao método NP 1509:1985 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.

A analista cumpriu todos os requisitos presente na norma. A lista de trabalho e registos associados ao método encontram-se todos corretamente preenchidos. Apenas constatou-se que o método necessita de validação, não sendo validado há mais de 5 anos.

4.2.1.6. Auditoria ao método NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.

No decorrer da auditoria a analista cumpriu com todos os requisitos da norma. Constatou-se que o método necessita de ser validado, verificou-se também que os resultados são apenas expressos em ml/100g e não é evidenciada a solução alcalina utilizada.

4.2.1.7. Auditoria ao método NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.

A analista procedeu exatamente como os requisitos definidos pela norma não tendo sido apontada qualquer não conformidade. A lista de trabalho e registos associados ao método encontram-se todos corretamente preenchidos.

4.2.1.8. Auditoria ao método NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.

No decorrer desta auditoria não houveram constatações a apontar durante a execução do procedimento. Porém, na rastreabilidade dos equipamentos verificou-se que o impresso da ficha de registo de equipamento da sonda de temperatura para a mufla encontrava-se obsoleto.

4.2.1.9. Auditoria ao método NP 2929:2009 Produtos de pesca e aquicultura. Determinação do teor de cloretos.

Ao longo desta auditoria não foram encontradas não conformidades, no entanto, foi efetuada uma ação corretiva no momento visto que, a analista não sabia onde se localizava a norma (situação momentânea) foi de imediata reposta uma nova cópia controlada da norma para que a auditoria decorresse normalmente e conforme o esperado. Esta cópia controlada foi registada no impresso IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-04-14, data da realização da auditoria.

4.2.1.10. Auditoria ao método PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza.

A analista procedeu como descrito no procedimento. Verificou-se que os procedimentos relativos às muflas, à medição e monitorização das temperaturas e às estufas referia que a verificação era realizada semestralmente, no entanto, desde janeiro de 2016 é feita anualmente. O desvio padrão relativo do DPCS é superior ao definido no procedimento interno do grupo Mérieux NutriSciences AS-SOP-08 (Statistical process control charting chemistry).

4.2.1.11. Auditoria ao método PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.

Esta auditoria foi feita a duas analistas, tendo estas realizado o ensaio de acordo com o procedimento interno. Todos os registos foram efetuados corretamente e não se constatou nenhuma não conformidade durante este método.

4.2.1.12. Auditoria ao método PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso escorrido em conservas.


No decorrer desta auditoria verificou-se que a ficha de registo de equipamento relativa ao cronómetro de referência não se encontrava atualizada. O procedimento do cronómetro de referência e do conta-minutos também se encontrava desatualizado. Na avaliação dos outros parâmetros verificou-se que a analista segue de acordo com o procedimento interno.


4.2.2. Auditorias técnicas no laboratório de métodos instrumentais de análise


4.2.2.1. Auditoria ao método PAFQ.136.0 Determinação do ácido benzóico e sórbico por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC)


Foi auditado o método PAFQ.136.0 Determinação do ácido benzóico e sórbico por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC), onde foram avaliados vários parâmetros cujos estão apresentados no relatório final de auditoria.


Tabela 7 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?		X		a) Sim b) PAFQ.136.0 - 2009-04-22 (Após auditoria constatou-se que o procedimento precisa de ser revisto e encontra-se ainda no template antigo.) c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta dos PAFQ de FQ e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com o analista (na capa das cópias dos procedimentos) , registada no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais , com a data de 2009-04-22.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º22611 b) Lista de trabalho n.º 2016/012001. c) Balanças 2B e 38C; Banho de ultra sons 33; Sistema HPLC UV/Vis 98; Cronómetro 59AB


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem impressos associados ao método?</p> <p>b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?</p>		X		<p>a1) e b1) Verificado o IQ.76.0AG Reta de calibração do ácido benzóico - Até à data da auditoria este impresso ainda não se encontrava validado (NC já aberta: ver NC 260/Q/Abril2016).</p> <p>a2) e b2) Verificado o IQ.76.0AH Reta de calibração do ácido sórbico - Até à data da auditoria este impresso ainda não se encontrava validado (NC já aberta: ver NC 260/Q/Abril2016).</p> <p>a3) e b3) Verificado o IQ.77.2 Controlo dos declives - Validado a 2009-01-05.</p> <p>a4) e b4) Verificado o IQ. 114.2 Validação do padrão de menor concentração - Validado a 2009-08-04.</p> <p>a5) e b5) Verificado o IQ. 83.2 Validação dos limiares analíticos - Validado a 2009-08-04.</p> <p>a6) e b6) Verificado o IQ.166.2 Soluções de referência para a construção da reta de calibração - Na data da auditoria presencial este impresso ainda não se encontrava validado, no entanto, até à data de finalização do relatório este foi validado (2016-04-11).</p> <p>a7) e b7) Verificado o IQ.167.1A Concentração das soluções de referência para HPLC - mg - Na data da auditoria presencial este impresso ainda não se encontrava validado, no entanto, até à data de finalização do relatório este foi validado (2016-04-11).</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?</p> <p>b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)</p>	X			<p>a1) Verificado o IQ.13.2 Ficha de registo do equipamento (FRE) n.º38 - Balanças analíticas de precisão.</p> <p>a2) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 - Balanças analíticas.</p> <p>a3) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º98 - Sistema HPLC - 1100/1200 - Agilent Technologies - UV/Vis.</p> <p>a4) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º59 - Conta-minutos.</p> <p>a5) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º58 - Cronómetro de referência.</p> <p>a6) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º33 - Banho de ultra-sons.</p>


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA)/verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são	X			a1) Material volumétrico classe A. b1) Certificados de lote: Balão volumétrico 10 ml - E-12 - OK Balão volumétrico 25 ml - E-12 - OK Balão volumétrico 50 ml - A-15 - OK Balão volumétrico 500 ml - D-13 - OK Balão volumétrico 1000 ml - D14 - OK Apenas foi rastreado um lote de cada material utilizado.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X		a1) Balança 2B b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º 2015400496/90, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-04-04. Equipamento limpo – OK c1 e c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) d2) OK - No dia 2016-04-18 foi emitido o PEQ.36.2. a2) Balança 38C b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º 2015400496/100, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-04-04. Equipamento limpo – OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos,	X			a1) Sistema HPLC 98 UV/Vis b1) Utilização, verificação e manutenção realizada de acordo com o definido nos procedimentos PEQ.32.0 Detetores de MIA, PEQ.68.0 Bombas HPLC e PME.41.0 Bombas de HPLC (Agilent). c1) NA. d1) OK (Encontra-se em atualização o PEQ.32 - junção do PEQ.32+PEQ.68+PME.41) a2) Banho de ultra-sons 33 b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o

	<p>Relatório de auditoria técnica - Química</p>			<p>Data da auditoria: 2016-04-04</p> <p>Auditora: Olívia Castro</p> <p>Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).</p>
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos. Equipamento limpo - OK. c2) NA. d2) OK.</p> <p>a3) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06; Equipamento limpo – OK c3) NA. d3) OK</p> <p>a4) Cronómetro 59AB</p> <p>b4) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do cronómetro 59AB.</p> <p>Verificado a 2016-01-27 segundo o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - conta-minutos.</p> <p>Equipamento limpo - OK. c4) NA. d4) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>		<p>X (a3 e a4)</p>		<p>a1) e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol (lote: 15L160509). Verificado o certificado de análises VWR Prolabo.</p> <p>a2) e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do acetato de amónio (lote: A037119212). Verificado o IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta (pedido em 2016-03-22).</p> <p>a3) e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sórbico (lote: 039K1441). Verificado o certificado de análises Sigma. Este reagente já se encontra aberto desde 2009-04-15</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>(apesar de o certificado não definir a data de validade o laboratório considera que 5 anos é o tempo de uso de um reagente após aberto.</p> <p>a4) e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido benzóico (lote: 1382368). Verificado o certificado de análises Fluka. Este reagente encontra-se fora de validade desde 2011-09.</p> <p>a5) e b5) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do metanol (lote: 15K160517). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-24.</p> <p>a6) e b6) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido acético glacial (lote: 14H280504). Verificado o certificado de análises Prolabo.</p> <p>a7) e b7) Verificado o IQ.210.2 Controlo de preparação de soluções/placas de TLC para as soluções de Carrez I e Carrez II.</p> <p>a7) e b7) Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis da coluna 29B (lote: 14109/29B). Verificado o certificado de análises da Thermo Scientific com a data de 2015-10-23.</p>
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X		Última validação realizada em 2009.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/020836 b) Lista de trabalho n.º 11195. Os registos são efetuados no IQ.206.0A Registos primários MIA. c) Boletim analítico n.º 22881/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem	X			a) NA. b) OK (rastreadibilidade registado nos impressos IQ.76.0AG e IQ.76.0AH). c) NA.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>				
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	X			a) e b) Os cálculos são introduzidos diretamente no LIMS.
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1E. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier.</p> <p>b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2016-02-05). IQ.26.0 Lista de competências - Competência adquirida a 2015-08-31.</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	X			<p>a) Sim</p> <p>b) Benzoatos - 2016-01: Bipea Sumos (2016/002607); 2016-03: Bipea Sumos (2016/0017333) e Fapas (2016/0016276). Sorbatos - 2016-03: Bipea Sumos (2016/0017333).</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p>	X			a) Os DPCS's são o Processed chesse (Barcode: PR163-MAY15), JAM-FAPAS-

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-04
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.136.0 - Determinação do ácido benzoico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				T20118QC (Barcode: PR1134-NOV15 para o ácido benzoico e Barcode: PR1135-NOV15 para o ácido sórbico), B) Sim c) Barcode: PR163-MAY15 - RSD = 4,34 >3 d) NC 280/Q/Abril2016

Nota ²: As siglas C, NC e NA representam, respetivamente, conforme, não conforme e não aplicável.

Durante esta auditoria verificou-se que o procedimento referente ao método de determinação do ácido benzoico e do ácido sórbico por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC) não se encontrava atualizado e necessita, portanto, de ser revisto, pois este não reflete na totalidade toda a metodologia praticada pelo laboratório. Existem impressos utilizados que não são referenciados no procedimento, assim como, não define as soluções padrão de trabalho de ácido benzoico e de ácido sórbico. O *template* do procedimento encontra-se desatualizado.

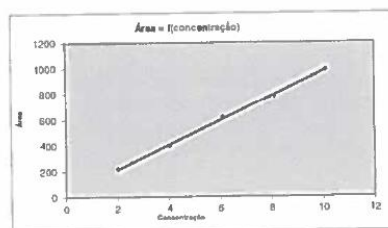
Os impressos de registo relativos à reta de calibração tanto do ácido benzoico como do ácido sórbico encontram-se por validar, mas a não conformidade já foi aberta. Os impressos relativos às soluções de referência para a construção da reta de calibração e à concentração das soluções de referência pra HPLC – mg, até à data da auditoria presencial, não se encontravam validados, no entanto, até à data da finalização do relatório, estes foram validados. Todos os registos foram efetuados corretamente pelo analista. Os duplicados foram feitos cumprindo com o definido no procedimento PCQ.04 (entre 5 a 10% do total das análises) e os resultados obtidos através da análise de DPCS encontram-se dentro dos limites estabelecidos.

De seguida seguem-se algumas evidências desta auditoria.

RETA DE CALIBRAÇÃO DO ÁCIDO BENZÓICO

Método: PAQ.139
Loop:
Data:
Analista:

Pontos	Conc. (mg/L)	Area
1	2	211.9348
2	4	292.27438
3	6.1	611.7912
4	8.1	782.75165
5	10.1	986.6178
6		
7		
8		
9		
10		



Reta Excel ($Y = mX + b$)	
m	95.57120
b	17.91248
r	0.99962

Clique

Clique

II (Conc. mg/L)
<10.1

[illegible]

Fig. 14 - Reta de calibração para o ácido benzoico.

[illegible]

Equipamentos utilizados	
Salas(a)	2B e 2D
Equipamento	97, 98 ou 99

Fig. 15 - Tabela representativa dos erros relativos dos padrões de controlo da reta de calibração do ácido benzoico.

Controlo dos declives

Data: 2016 Equipamento: HPLC

Método: PAFO.136 N.º: 98/99

Ele./Comp.: Ácido Benzoico - Gama Alta - coluna 29

Média 2016: 97.282404

Desvio padrão 2016: 1.679877

Coluna	Data	Declive	Média	Desv.pad	$\bar{X} + 1\sigma$	$\bar{X} + 2\sigma$	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 1\sigma$	$\bar{X} - 2\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$
29B	18/01/2016	97.699475	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	28/01/2016	97.296898	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	02/02/2016	96.618562	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	03/02/2016	100.15205	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	12/02/2016	98.892935	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	24/02/2016	96.45899	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	25/02/2016	93.903724	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	03/03/2016	97.973354	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	09/03/2016	98.739349	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	15/03/2016	98.0147104	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	29/03/2016	96.0288401	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435
29B	05/04/2016	95.609965	96.32618	3.023582	99.349763	102.373345	105.3969	93.3026	90.27902	87.255435

Fig. 18 - Controlo dos declives relativos, na gama alta, ao ácido benzoico com a respetiva média e desvio padrão.

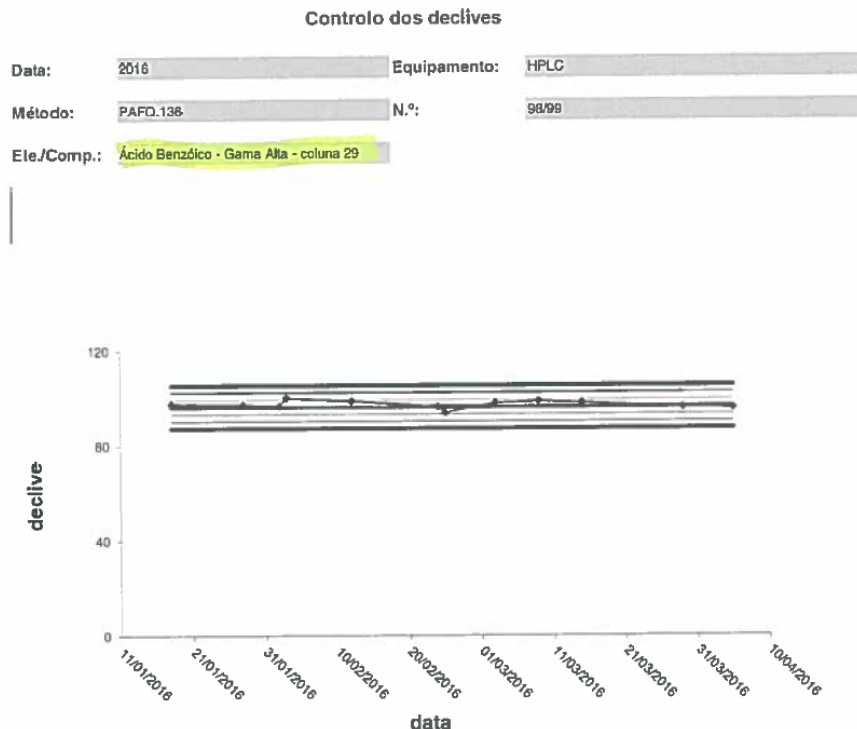


Fig. 19 - Representação gráfica dos valores dos declives, na gama alta, para o ácido benzoico.

Controlo dos declives

Data: 2016 Equipamento: HPLC
 Método: PAFO.136 N.º: 98/99
 Ele./Comp.: Ácido Benzoico - Gama Baixa - Coluna 29

Média 2016: 98.954081 Desvio padrão 2016: 4.729424

Coluna	Data	Declive	Média	Desv.pad	$\bar{X} + 1\sigma$	$\bar{X} + 2\sigma$	$\bar{X} + 3\sigma$	$\bar{X} - 1\sigma$	$\bar{X} - 2\sigma$	$\bar{X} - 3\sigma$
29B	1/18/2016	104.92065	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	1/28/2016	98.85981	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	2/2/2016	100.62886	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	2/3/2016	101.96709	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	2/12/2016	104.1982	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	2/24/2016	97.7560794	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	2/25/2016	86.7773039	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	3/3/2016	99.1674054	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	3/9/2016	101.167471	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	3/15/2016	99.6078559	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	29/03/2016	96.8270485	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882
29B	05/04/2016	95.5712029	95.51533	5.440817	100.95615	106.397	111.8378	90.07452	84.6337	79.192882

Fig. 20 - Controlo dos declives relativos, na gama baixa, ao ácido benzoico com a respetiva média e desvio padrão.

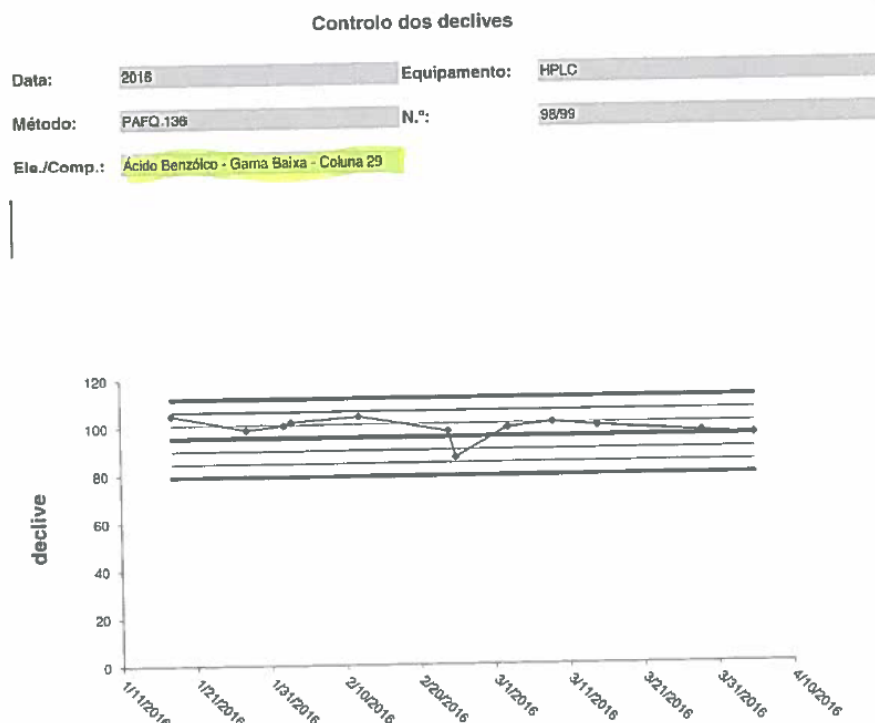


Fig. 21 - Representação gráfica dos valores dos declives, na gama baixa, para o ácido benzoico.

4.2.2.2. Auditoria ao método PAFQ.038.0 Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução.

Ao longo desta auditoria constatou-se que o analista seguiu o procedimento interno corretamente.

Os impressos relativos às soluções de referência para a construção da reta de calibração e relativos às concentrações das soluções de referência para HPLC não se encontravam validados na altura da realização da auditoria presencial.

Os procedimentos referentes às estufas e à medição e monitorização das temperaturas referem que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, é realizada anualmente. Esta não conformidade já terá sido detetada e registada na auditoria ao método NP 6492:2014 Determinação do teor de gordura.

O procedimento referente ao cronómetro e ao conta-minutos não se encontrava atualizado, pois em falta encontra-se a metodologia da utilização e manutenção do equipamento. Esta não conformidade já vinha tido sido detetada e registada na auditoria ao método NP 6492:2014 Determinação do teor de gordura.

Relativamente à validação do método, não foram evidenciados os dados de validação para produtos hortícolas e derivados, pratos cozinhados, pescado e derivados, suplementos e frutos e derivados. Também não existem evidências da aplicabilidade do método ao extremo da gama 29,9 g/100 g, e o limiar analítico apresentado (5,0 mg/100 g) não está adequado para todas as matrizes que são analisadas.

Em anexo, encontram-se os resumos de todos os métodos que foram auditados incluindo os seus relatórios de auditoria.

5. Conclusão

Para que uma empresa funcione corretamente e para que tire o máximo proveito das suas capacidades a nível empresarial é necessário que um bom sistema de gestão da qualidade (SGQ) seja estabelecido.

Com a obtenção da acreditação segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 o laboratório garante uma qualidade controlada, sistematizada, verificada e validada. O laboratório comprova, também, que é competente e fiável tanto aos seus clientes como às entidades regulamentadoras.

O SGQ tem de garantir que está em constante atualização perante as adversidades e mudanças que possam acontecer e, por isso, a organização necessita de o rever pelo menos uma vez por ano e agendar auditorias internas e validar os métodos que realiza.

Quando o laboratório obtém a acreditação fica sujeito a avaliações periódicas por parte do organismo nacional de acreditação. Isto leva a que a revisão do SGQ seja efetuada com mais rigor e que exista uma efetiva melhoria contínua do SGQ.

Os equipamentos são uma ferramenta fundamental na execução dos métodos do laboratório, como tal, a sua gestão é muito importante de modo a garantir o seu bom funcionamento.

Todos os equipamentos têm associados procedimentos com as instruções de utilização, metodologias para a realização das verificações internas e manutenções, assim como a necessidade (ou não) de serem submetidos a calibrações externas realizadas por laboratórios competentes (acreditados). Existe um plano de gestão dos equipamentos, elaborado todos os anos, onde é identificada a periodicidade das calibrações, verificações e manutenções. O bom funcionamento dos equipamentos é crucial para garantir a qualidade dos resultados dos ensaios.

A realização de auditorias internas é um requisito da NP EN ISO/IEC 17025 e estas são importantes no que diz respeito ao controlo de qualidade de um laboratório alimentar. As auditorias permitem obter evidências que comprovem a eficácia e conformidade do trabalho realizado e detetar e/ou corrigir erros ou desvios que possam interferir no sistema. Adicionalmente permitem melhorar certos critérios para que o rigor e a qualidade dos resultados obtidos se mantenham.

Uma auditoria técnica tem como objetivo avaliar a competência dos analistas, verificar se os ensaios são realizados corretamente e verificar se os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 são cumpridos.

Ao realizar uma auditoria técnica a um método são constatadas todas as evidências do que foi realizado durante a execução do método. No final de cada auditoria é elaborado um relatório final onde são registadas as constatações da auditoria (não conformidades e oportunidades de melhoria).

Posteriormente são tomadas as correções e ações corretivas adequadas para se eliminar as causas das constatações registadas. Todas as ações corretivas implementadas necessitam depois de ser avaliadas para verificação da sua eficácia.

No decorrer das auditorias registaram-se constatações relativas à execução experimental e, também, no âmbito do controlo de qualidade. Com base nestas constatações foram colocadas em prática medidas de correção para a prevenção de falhas futuras. Na generalidade foram constatadas não conformidades relativas a procedimentos gestão do equipamento, em que estes referiam que a verificação era feita semestralmente, mas atualmente é feita anualmente, e estes procedimentos ainda não tinham sido atualizados face à prática mais corrente. Foram ainda constatados que outros procedimentos de equipamentos como do cronómetro de referência, conta-minutos, estufas e aos instrumentos de pesagem também se encontravam desatualizados.

Uma ação preventiva implementada visa a revisão destes procedimentos todos de forma a verificar quais necessitam de serem atualizados de forma a prevenir futuras não conformidades neste parâmetro.

Constatou-se também a existência de impressos não estavam atualizados e/ou devidamente validados, e o que estava a ser implementado foi uma revisão dos impressos mais utilizados, assim como a sua respetiva validação.

O tratamento destas não conformidades previne o aparecimento de outras e assegura a melhoria contínua do SGQ implementado. As ações corretivas foram implementadas de modo a garantir a qualidade dos resultados.

O SGQ precisa das auditorias periódicas como ferramenta de garantia da melhoria contínua, da evolução e da verificação da eliminação da causa das não conformidades detetadas.

6. Referências bibliográficas

- AGSOLVE - A importância da calibração e manutenção dos equipamentos - <https://www.agsolve.com.br/dicas-e-solucoes/a-importancia-da-calibracao-e-manutencao-de-equipamentos> consultado a 20 de julho de 2016);
- CUF Saúde - <https://www.saudecuf.pt/mais-saude/doencas-a-z/intoxicacao-alimentar> consultado a 9 de fevereiro de 2016;
- DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escorrido.
- EN ISO 1735:2004 *Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*.
- EN ISO 20483:2013 *Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method*.
- GA17025 – Guia Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025., OGC001, 2010, Instituto Português de Acreditação (IPAC);
- ILAC - Vantagens de ser um laboratório acreditado - <http://ilac.org/language-pages/portuguese/> consultado a 16 de dezembro de 2015);
- IPAC - Acreditação - <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp> consultado a 30 de novembro de 2015);
- ISO 1211:2010 *Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*.
- ISO 1736:2008 *Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*.
- José A.Faria, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Departamento de Engenharia e Gestão Industrial, Gestão da Qualidade Total;
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/historia> consultado a 8 de fevereiro de 2016);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/visao-missao-valores> consultado a 8 de fevereiro de 2016);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/servicos/seguranca-e-qualidade-alimentar> consultado a 8 de fevereiro de 2016);
- MQ Silliker - Silliker Portugal S.A, Manual da Qualidade, 2014;

- NP 702:1991 logurte. Determinação do teor da matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
- NP 1509:1985 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
- NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.
- NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
- NP 2929:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
- NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
- NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura.
- NP EN ISO/IEC 17025:2005 - NP EN ISO/IEC 17025 Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração, 2005;
- NP EN ISO 22000:2005 Norma Portuguesa para sistemas de gestão da segurança alimentar: Requisitos para qualquer organização que opere na cadeia alimentar -IPQ;
- NP EN ISO 9000 “Sistemas de gestão da qualidade - Fundamentos e vocabulário”, IPAC
- OGC001, Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025, IPAC, 2010;
- OGC002, Guia para a interpretação de laboratórios químicos, IPAC, 2011;
- OGC004, Guia interpretativo da ISO 15189 Laboratórios clínicos. Requisitos particulares para a qualidade e competência, IPAC, 2006;
- PAFQ.038.0 – *Silliker* – Procedimento de Análise Físico-Química - Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C pelo método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC);
- PAFQ.060.1 – *Silliker* – Procedimento de Análise Físico-Química - Géneros alimentícios, Determinação do teor de cinza total;
- PAFQ.101.2 – *Silliker* – Procedimento de Análise Físico-Química - Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido;
- PAFQ.136.0 – *Silliker* – Procedimento de Análise Físico-Química - Géneros alimentícios. Determinação do ácido sórbico e do ácido benzoico por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
- PAFQ.140.0 – *Silliker* – Procedimento de Análise Físico-Química - Géneros alimentícios. Determinação do peso escorrido em conservas
- PCE.08 – *Silliker* – Procedimento de calibração/verificação do equipamento - Medição e monitorização das temperaturas, *Silliker* Portugal, 2015;
- PCQ.04 – *Silliker* – Procedimento de Controlo de Qualidade, 2016;
- PCE.15 – *Silliker* – Procedimento de Calibração/Verificação de Equipamento Cronómetro e conta-minutos;

- PCE.12 – *Silliker* - Procedimento de Calibração/Verificação de Equipamento – Crónometro de referência;
- PEQ.01 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Agitador, placas e manta;
- PEQ.05 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Banhos;
- PEQ.07 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Gestão do material volumétrico;
- PEQ.08 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Centrífuga;
- PEQ.09 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Equipamentos metrológicos de contagem de tempo;
- PEQ.12 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Potenciómetro;
- PEQ.13 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Estufas;
- PEQ.14 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Frigoríficos;
- PEQ.16 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Homogeneizadores;
- PEQ.20 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Muflas;
- PEQ.27 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Dispensadores;
- PEQ.34 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Destilador de proteínas;
- PEQ.36 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Instrumentos de pesagem;
- PEQ.40 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Evaporador rotativo;
- PEQ.49 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Micropipetas;
- PEQ.56 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Gestão do sistema de purificação de água;
- PEQ.68 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Bombas de HPLC;
- PEQ.74 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Soxtec Avanti;
- PEQ.75 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Digestor;
- PGQ.01 – *Silliker* – Procedimento de Gestão de Qualidade – Gestão de Recursos Humanos;
- PGQ.13 – *Silliker* – Procedimento de Gestão de Qualidade – Auditorias Internas;
- PGQ.16 – *Silliker* – Procedimento de Gestão de Qualidade - Gestão do equipamento de medição e ensaio;
- Relacre 3 - Guia *Validação de Resultados em Laboratórios Químicos*, Guia 3, Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE) ISBN 972-96727-2-5;

- Relacre 13 - Guia Validação de Métodos Internos de Ensaio em Análise Química, Guia 1 Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE); ISBN 972-8574-02-9
- Seabra e Barros, João, 2004, Sistema de Gestão da Qualidade. Documentação e Controlo da Qualidade;
- VIM 2012 - Vocabulário Internacional de Metrologia, Instituto Português da Qualidade (IPQ), 2012, ISBN 978-972-763-00-6;
- FIVE KEYS TO SAFER FOOD - World Health Organization (WHO), 2006;

ANEXOS

Anexo 1 – NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura

Resumo do processo:

As amostras com teor de gordura relativamente elevado (pelo menos 200 g/kg) sofrem uma extração preliminar com éter de petróleo.

Para amostras do tipo alimentos de origem animal, origem vegetal e alimentos compostos em que pelo menos 20% da gordura advenha dos produtos anteriormente mencionados, a amostra é hidrolisada com ácido clorídrico a quente. A solução é arrefecida e filtrada. O resíduo é lavado e seco e a gordura é extraída com éter de petróleo. O solvente é removido por destilação e secagem. O resíduo de extração é depois pesado.

Para amostras do tipo alimentos para animais que não os mencionados anteriormente, a amostra é extraída com éter de petróleo. O solvente é removido por destilação e secagem e o resíduo é pesado.

Reagentes:

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica e a água deve ser desionizada ou de pureza equivalente.

- Sulfato de sódio anidro;
- Éter de petróleo;
- Pastilhas de carboneto de silício ou pérolas de vidro;
- Acetona;
- Ácido clorídrico, $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$
- Adjuvante de filtração.

Aparelhos e utensílios:

- Cartuchos de extração;
- Extrator do tipo Soxhlet;
- Aparelho de aquecimento;
- Estufa $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$;
- Exsicador.

Anexo 2 – DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura. Determinação do peso escurrido.

Resumo do processo:

Pesagem do produto, fusão da camada de gelo envolvente por imersão em água, eliminação do excesso de água e pesagem da amostra ainda congelada.


Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança;
- Tina de água;
- Câmara frigorífica.


Tabela 8 – Relatório de auditoria ao método DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			DL N.º37/2004 – IQ.148 (Índice) – Pasta 1 Peixes e derivados, Pasta eletrónica de documentação. (Referência normativa: NP 4355_2002 – Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do peso líquido escurrido e do teor em água de vidragem dos produtos congelados/ultracongelados, vidrados. - IQ.148 (Índice) - Pasta 1 Peixes e derivados, Pasta eletrónica de documentação. DL N.º37/2004 (26 de Fevereiro de 2004)
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (Capa Preparação das Amostras) com a data de 2015-01-20 e registada no IQ.11.5 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º2016/11190. b) Lista de trabalho n.º2016/006506. c) Balança 39D Sonda do banho 86CE Câmara frigorífica 20B(2)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.228.0 b) Validado a 2016-02-17.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º86 – Sondas de temperatura – Banhos e estufas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º110 – Sonda de temperatura referência – Banhos e estufas (VWR). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º20 – Câmaras frigoríficas. Verificado o IQ.13. FRE n.º102 – Sonda digital de frio – referência (VWR). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º191 – Sonda digital de frio. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º39 – Balanças eletrónicas. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração/verificação afixados. Todos os equipamentos que trabalham com temperatura, têm sondas de monitorização associadas, estando estas devidamente verificadas (câmara frigorífica (20B(2)) - sonda n.º191AZ).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?	X			a1) Sonda 86CE b1) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CE: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				Data de verificação: Setembro 2015, próxima verificação: Março 2016 Equipamento limpo - OK c1) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d1) OK a2) Sonda 191AZ b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda191AZ: sonda 102E calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.ºLMT20155006297/30 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Agosto de 2015, próxima verificação a Fevereiro de 2016 . Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) OK a3) Câmara frigorífico 20B(2) b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1Frigoríficos e congeladores. CALIBRAÇÃO: NA VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.111.5 Carta de controlo (A) Registos bi-diários. MANUTENÇÃO: Congelação: Semestral: manutenção interna - IQ.35.1 – efetuada no dia 17-07-2015 e manutenção externa - FRILIDER efetuada no dia 2015-11-26. Verificado o IQ.17.2 Registo de manutenção e anomalias do equipamento. c3) NA; d3) NA
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados?	X			Gobelé de plástico de 5000 ml.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 39D b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/70 emitido em 2015-04-18. Apto em 2015-04-23. Próxima calibração a 2016-03. VERIFICAÇÃO: Registo de verificação diárias OK (22-02-2016) Registo de verificação mensal OK (05-02-2016) MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?			X	Não existem outros equipamentos associados a este método de ensaio.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>			X	Não existem reagentes/soluções/consumíveis associados a este método de ensaio.
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>		X		Última validação efetuada em 2008.
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º do boletim analítico.</p>	X			<p>a) Amostra n.º2016/11190.</p> <p>b) Lista de trabalho n.º2016/006506.</p> <p>c) Boletim analítico n.º9952/EGI/16</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Lista de trabalho (quando aplicável):</p> <p>a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>	X			<p>a) Sim.</p> <p>b) NA.</p> <p>c) NA.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. IQ.228.0 b) Arredondamento às décimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1A. Toda a informação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista ainda não se encontra qualificada para esta determinação. IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Esta analista encontra-se em fase de validação. Até à data ainda não tinha sido atribuída a competência).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?			X	Não existem ensaios de comparação interlaboratorial ou amostras cegas.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?			X	Não existem DPC'S associados a este método de ensaio.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22
				Auditora: Olívia Castro
				Método: DL N.º37/2004 Produtos da pesca e aquicultura congelados/ultracongelados. Determinação do peso escurrido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

Anexo 3 – EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

Resumo do processo:

Uma porção de amostra é digerida com ácido clorídrico e em seguida adiciona-se etanol. A solução de etanol é extraída com éter dietílico e éter de petróleo e os solventes são removidos por destilação ou evaporação. A massa das substâncias extraída é depois calculada.


Reagentes:


- Etanol absoluto;
- Éter dietílico, livre de peróxidos;
- Éter de petróleo;
- Ácido clorídrico.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica, com aproximação a 1 mg;
- Estufa de esterilização e secagem;
- Banho termostaticado.


Tabela 9 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) EN ISO 1735:2004 - Determinação matéria gorda. Queijos. c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 2 Laticínios.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista e na capa das Normas, com a data 2008-01-30 e registada no IQ.11.3 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		X(c)		a) Amostra n.º31963 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-05-09, na pasta eletrónica. c) Apesar de ter sido presenciado a utilização dos equipamentos: balança 2E, balança 38A, estufa de esterilização e secagem 14B, cronómetro 59H e banho 9D, a analista não os rastreou no impresso IQ.23.0D (não conformidade já detetada e registada NC 10028/Q/JUN2016) .
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Os resultados são introduzidos no IQ.23.0D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. b) IQ.23.0D validado a 2015-12-10.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 9 - Banho com agitação termostaticado. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 38 - Balanças analíticas de precisão. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 58 - Cronómetro de referência. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 59 - Conta - minutos. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Estufa 14B b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/90A(*) emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-06-02. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-05-02. c1) NA; d1) OK a2) Sonda 86AG associada ao equipamento 14B b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86AG: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016 . Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a3) Banho 9D</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-07-03, certificado de calibração n.º LMT20155007045/10 emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-08-14. Próxima calibração a 2016-07. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-04-20. c3) NA; d3) OK</p> <p>a4) Sonda 86DB associada ao equipamento 9D; b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DB: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto em 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Janeiro de 2016, próxima verificação a Janeiro de 2017. Equipamento limpo - OK. c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. b) NA c) NA d) Ok.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 39D b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibrada pelo CATIM em 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/70 emitido em 2015-04-18. Apto em 2015-04-23. Próxima calibração a 2016-03. VERIFICAÇÃO: Registo de verificação diárias OK (22-02-2016) Registo de verificação mensal OK (05-02-2016) MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros:	X			O procedimento relativo aos equipamentos n.º 59 conta-minutos e n.º58 cronómetro de referência foi atualizado em 2016-04-13

	Relatório de auditoria técnica - Química	Data da auditoria: 2016-05-09/11		
		Auditora: Olívia Castro		
		Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)		
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>(PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo).</p> <p>a1) Conta-minutos 59H</p> <p>b1) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos (ver d1)).</p> <p>CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado em 2016-01-27 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos). Próxima verificação: 2017-01. Equipamento limpo - OK. c1) NA; d1) OK</p> <p>a2) Cronómetro de referência 58</p> <p>b2) CALIBRAÇÃO: Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: NA. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo. c2) NA. d2) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consúmíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	X			<p>a1 e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (lote: 15J210506). Verificado o certificado de análises VWR com data de 2016-02-01.</p> <p>a2 e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter dietílico (lote: STBG0293V). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-04.</p> <p>a3 e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter petróleo (lote: 16A190506). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-04-04.</p> <p>a4 e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 37% (lote: 15I230520). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2015-12-31.</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p>	X			<p>a) NA (definida na Norma).</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Precisão intermédia. c) Incerteza.				b) Constatou-se que o laboratório está a recalcular a precisão intermédia e incerteza (validação em curso).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 22025 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-04-05, na pasta eletrónica. c) Boletim analítico n.º 27697/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) O valor do ensaio em branco (registado no IQ.142 Registo de ensaios em branco) não está a ser considerado no cálculo do teor de matéria gorda (NC já detetada e registada NC 10029/Q/JUN2016) . b) O teor de matéria gorda é expresso em g/100g. O arredondamento é feito com duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-15). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1735:2004 Cheese and processed cheese products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim b) 2015 /04: Inter 2000 (amostra n.º 2015/022255); 2015/10: LGC (amostras n.º 2015/076276 e 2015/076290). C) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS é o Processed cheese (Barcode: PR097-NOV15) b) OK. c) RSD temporário = 0,49 % < 1 - OK. d) NA.

Anexo 4 – ISO 1736:2008 Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

Resumo do processo:

É extraída uma solução etanólica amoniacal de uma amostra através de éter dietílico e éter de petróleo. Os solventes são removidos por destilação ou evaporação. A massa das substâncias extraídas é depois calculada.


Reagentes:


- Etanol absoluto;
- Hidróxido de amónia;
- Éter dietílico;
- Éter de petróleo.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica, com aproximação a 1 mg;
- Estufa de esterilização e secagem;
- Banho termostatzado.


Tabela 10 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: d) Existe? e) Está atualizado? f) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) ISO 1736:2008 - Determinação de matéria gorda. Leites em pó e produtos lácteos em pó. c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 2 Laticínios.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista e na capa das Normas, com a data 2009-04-23 e registada no IQ.11.3 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): d) N.º da amostra. e) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). f) N.º dos equipamentos utilizados.		X(c)		a) DPCS Milk Powder b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-05-12, na pasta eletrónica. c) Apesar de ter sido presenciado a utilização dos equipamentos: balança 2E, balança 38A, estufa de esterilização e secagem 14B, banho de água 9D, cronómetro 59H e termómetro 19N, a analista não os rastreou no impresso IQ.23.0D (não conformidade já detetada e registada NC 10028/Q/JUN2016).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): c) Existem impressos associados ao método? d) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Os resultados são introduzidos no IQ.23.0D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. b) IQ.23.0D validado a 2015-12-10.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): c) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? d) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 9 - Banho com agitação termostaticado. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 19 - Termómetro. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 38 - Balanças analíticas de precisão. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 58 - Cronómetro de referência. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 59 - Conta - minutos. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: e) São utilizados os equipamentos adequados? f) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? g) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? h) As operações de calibração, verificação e	X			a1) Estufa 14B b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/90A(*) emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-06-02. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-05-02. c1) NA; d1) OK


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				<p>a2) Sonda 86AG associada ao equipamento 14B</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86AG: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a3) Banho 9D</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-07-03, certificado de calibração n.º LMT20155007045/10 emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-08-14. Próxima calibração a 2016-07. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-04-20. c3) NA; d3) OK</p> <p>a4) Sonda 86DB associada ao equipamento 9D; b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>referência utilizada na verificação da sonda 86DB: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.ºLMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto em 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Janeiro de 2016, próxima verificação a Janeiro de 2017. Equipamento limpo – OK. c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a5) Termómetro 19N</p> <p>b5) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação no termómetro 19N: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017 . c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d5) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):	X			<p>a) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
- Volumes: e) São utilizados os equipamentos adequados? f) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? g) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? h) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				b) NA c) NA d) Ok.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: e) São utilizados os equipamentos adequados? f) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? g) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? h) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2E b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-12. Equipamento limpo – OK. a2) Balança 38A b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/30, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-12 Equipamento limpo – OK c1) e c2) Q.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) e d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros:	X			O procedimento relativo aos equipamentos n.º 59 conta-minutos e n.º58 cronómetro de referência foi atualizado em 2016-04-13

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>e) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>f) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>g) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>h) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>(PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo).</p> <p>a1) Conta-minutos 59H</p> <p>b1) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos (ver d1)).</p> <p>CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. VERIFICAÇÃO: Verificado em 2016-01-27 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos). Próxima verificação: 2017-01. Equipamento limpo - OK. c1) NA; d1) OK</p> <p>a2) Cronómetro de referência 58</p> <p>b2) CALIBRAÇÃO: Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: NA. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo. c2) NA. d2) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>c) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>d) Existem os certificados de lote?</p>	X			<p>a1 e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (lote: 15J210506). Verificado o certificado de análises VWR com data de 2016-02-01.</p> <p>a2 e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter dietílico (lote: STBG0293V). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-04.</p> <p>a3 e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter petróleo (lote: 16A190506). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-04-04,</p> <p>a4 e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de amónia (lote: 15J260513). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-03-21.</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>d) Repetibilidade.</p>	X			a) NA (definida na Norma).

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
e) Precisão intermédia. f) Incerteza.				b) Constatou-se que o laboratório está a recalcular a precisão intermédia e incerteza (validação em curso).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): d) N.º da amostra. e) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). f) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 21557 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-04-05, na pasta eletrónica. c) Boletim analítico n.º 2016/030634
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): d) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? e) Rastreabilidade aos equipamentos? f) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): c) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? d) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X(a)		a) O valor do ensaio em branco (registado no IQ.142 Registo de ensaios em branco) não está a ser considerado no cálculo do teor de matéria gorda (NC já detetada e registada NC 10029/Q/JUN2016). b) O teor de matéria gorda é expresso em g/100g. O arredondamento é feito com duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): c) A documentação dos recursos humanos está atualizada? d) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-15). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Manutenção de competências: d) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? e) Duas participações por ano? f) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim b) 2015 /02: Bipea dietéticos (amostra n.º 2015/006341); 2015/08: Silliker babyfood (amostra n.º 2015/060723); 2016/01: Bipea dietéticos (amostra n.º 2016/000337); 2016/04: amostra cega (amostra n.º 2016/022617). C) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): e) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? f) Os registos são corretamente efetuados? g) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? h) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS é o Milk Powder(Barcode: PR056 - NOV15) b) OK. c) RSD = 0,60 % < 1 - OK d) NA

Anexo 5 – ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

Resumo do processo:

É extraída uma solução etanólica amoniacal de uma amostra através de éter dietílico e éter de petróleo. Os solventes são removidos por destilação ou evaporação. A massa das substâncias extraídas é depois calculada.


Reagentes:


- Etanol absoluto;
- Hidróxido de amónio;
- Éter dietílico;
- Éter de petróleo.


Aparelhos e utensílios:

- Balança analítica, com aproximação a 1 mg;
- Estufa de esterilização e secagem;
- Banho termostatzado;
- Termómetro.

Tabela 11 - Relatório de auditoria ao método ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) EN ISO 1211:2010. Determinação da matéria gorda. Leites. c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 2 Laticínios.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista na capa das Normas, com a data 2010-10-27 e registada no IQ.11.3 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		X(c)		a) Amostra n.º29938 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-05-09, na pasta eletrónica. c) Apesar de ter sido presenciado a utilização dos equipamentos: balança 2E, balança 38A, estufa de esterilização e secagem 14B, banho de água 9D, cronómetro 59H e termómetro 19N, a analista não os rastreou no impresso IQ.23.0D (não conformidade já detetada e registada NC 10028/Q/JUN2016).

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Os resultados são introduzidos no IQ.23.0D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. b) IQ.23.0D validado a 2015-12-10.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 9 - Banho com agitação termostaticado. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 38 - Balanças analíticas de precisão. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 58 - Cronómetro de referência. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 59 - Conta - minutos. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são	X			a1) Estufa 14B b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/90A(*) emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-06-02. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-05-02. c1) NA; d1) OK a2) Sonda 86AG associada ao equipamento 14B

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
efetuadas de acordo com o procedimento?				<p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86AG: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a3) Banho 9D</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-07-03, certificado de calibração n.º LMT20155007045/10 emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-08-14. Próxima calibração a 2016-07. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-04-20. c3) NA; d3) OK</p> <p>a4) Sonda 86DB associada ao equipamento 9D; b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DB: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração</p>



MERIEUX
NutriSciences

Relatório de auditoria técnica - Química

Data da auditoria: 2016-05-09/11

Auditora: Olívia Castro

Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

ITEM

C

NC

NA

COMENTÁRIOS

n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.ºLMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto em 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Janeiro de 2016, próxima verificação a Janeiro de 2017. Equipamento limpo – OK. c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).

a5) Termómetro 19N

b5) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação no termómetro 19N: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017 . c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d5) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).


**Auditoria presencial
(amostra analisada no dia
da auditoria):**


- Volumes:


a) São utilizados os equipamentos adequados?


X

a) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.
b) NA
c) NA
d) Ok.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2E b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-09, 2016-05-11. Equipamento limpo – OK a2) Balança 38A b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/30, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-09 Equipamento limpo – OK c1) e c2) Q.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) e d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?	X			O procedimento relativo aos equipamentos n.º 59 conta-minutos e n.º58 cronómetro de referência foi atualizado em 2016-04-13 (PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo). a1) Conta-minutos 59H

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				b1) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos (ver d1)). CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. Verificado em 2016-01-27 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos). Próxima verificação: 2017-01. Equipamento limpo - OK. c1) NA; d1) OK a2) Cronómetro de referência 58 b2) Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: NA. Equipamento limpo. c2) NA. d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1 e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (lote: 15J210506). Verificado o certificado de análises VWR com data de 2016-02-01. a2 e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter dietílico (lote: STBG0293V). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-04. a3 e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter petróleo (lote: 16A190506). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-04-04, a4 e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de amónia (lote: 15J260513). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-03-21.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) NA (definida na Norma). b) Constatou-se que o laboratório está a recalcular a precisão intermédia e incerteza (validação em curso).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).	X			a) Amostra n.º 21878 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-04-05, na pasta eletrónica.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) N.º do boletim analítico.				c) Boletim analítico n.º24619/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) O valor do ensaio em branco (registado no IQ.142 Registo de ensaios em branco) não está a ser considerado no cálculo do teor de matéria gorda (NC já detetada e registada NC 10029/Q/JUN2016) . b) O teor de matéria gorda é expresso em g/100g. O arredondamento é feito com duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-15). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano?	X			a) Sim b) 2015 /04: Inter 2000 (amostra n.º 2015/022255); 2015/10: LGC (amostras n.º 2015/076276 e 2015/076290). C) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: ISO 1211:2010 Milk. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?				
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS é o Processed cheese (Barcode: PR097-NOV15) b) OK. c) RSD temporário = 0,49 % < 1 - OK. d) NA.

Anexo 6 – NP 702:1991 Iogurte. Determinação do teor da matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.

Resumo do processo:

Extração da matéria gorda por solventes apropriados, evaporação dos solventes e pesagem do resíduo obtido.

Reagentes:


- Etanol absoluto;
- Éter dietílico, isento de peróxidos;
- Éter de petróleo;
- Hidróxido de amónio a 25%.

Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica, com aproximação a 1 mg;
- Estufa de esterilização e secagem;
- Banho termostaticado;
- Termómetro.


Tabela 12 - Relatório de auditoria ao método NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) NP 702:1991 c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 1 Lactínios
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista na capa das Normas, com a data 2016-02-02 e registada no IQ.11.5 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		X(c)		a) Amostra n.º29945 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-05-09, na pasta eletrónica. c) Apesar de ter sido presenciado a utilização dos equipamentos: balança 2E, balança 38A, estufa de esterilização e secagem 14B, banho de água 9D, cronómetro 59H e termómetro 19N, a analista não os rastreou no impresso IQ.23.0D.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Os resultados são introduzidos no IQ.23.0D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. b) IQ.23.0D validado a 2015-12-10.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 9 - Banho com agitação termostaticado. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 38 -


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)				Balanças analíticas de precisão. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 58 - Cronómetro de referência. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 59 - Conta - minutos. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperatura:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Estufa 14B</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/90A(*) emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-06-02. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-05-02.</p> <p>c1) NA; d1) OK</p> <p>a2) Sonda 86AG associada ao equipamento 14B</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86AG: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O</p>


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rôse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a3) Banho 9D</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-07-03, certificado de calibração n.º LMT20155007045/10 emitido em 2015-06-02. Apto em 2015-08-14. Próxima calibração a 2016-07. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-04-20. c3) NA; d3) OK</p> <p>a4) Sonda 86DB associada ao equipamento 9D; b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DB: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto em 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Janeiro de 2016, próxima verificação a Janeiro de 2017. Equipamento limpo – OK. c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 Iogurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a5) Termómetro 19N</p> <p>b5) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação no termómetro 19N: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017 . c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d5) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. b) NA c) NA d) Ok.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Rôse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2E</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-09, 2016-05-11.</p> <p>Equipamento limpo – OK</p> <p>a2) Balança 38A</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/30, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-05-09 Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) e c2) Q.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d1) e d2) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>O procedimento relativo aos equipamentos n.º 59 conta-minutos e n.º58 cronómetro de referência foi atualizado em 2016-04-13 (PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo).</p> <p>a1) Conta-minutos 59H</p> <p>b1) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos (ver d1)).</p> <p>CALIBRAÇÃO: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. Verificado em 2016-01-27 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos). Próxima verificação: 2017-01. Equipamento limpo - OK. c1) NA; d1) OK</p> <p>a2) Cronómetro de referência 58</p> <p>b2) Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: NA. Equipamento limpo. c2) NA. d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/cons umíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1 e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (lote: 15J210506). Verificado o certificado de análises VWR com data de 2016-02-01. a2 e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter dietílico (lote: STBG0293V). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-04. a3 e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter petróleo (lote: 16A190506). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-04-04, a4 e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de amónia (lote: 15J260513). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-03-21.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) NA (definida na Norma). b) Constatou-se que o laboratório está a recalcular a precisão intermédia e incerteza (validação em curso).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 22760 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.23.0D da data 2016-04-05, na pasta eletrónica. c) Boletim analítico n.º 25726/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X(a)		a) O valor do ensaio em branco (registado no IQ.142 Registo de ensaios em branco) não está a ser considerado no cálculo do teor de matéria gorda. b) O teor de matéria gorda é expresso em g/100g. O arredondamento é feito com duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-15). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim b) 2015 /03: Bipea dietéticos (amostra n.º 2015/013118); 2015/10: LGC sample 58 (amostra n.º 2015/076283); 2015/12: amostra cega (amostra n.º 2015/085716); 2016/04: LGC sample 58 (amostra n.º 2016/027945). C) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?	X			a) O DPCS é o Milk Powder(Barcode: PR056 - NOV15) b) OK. c) RSD = 0,60 % < 1 - OK d) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-05-09/11
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 702:1991 logurte. Determinação do teor de matéria gorda. Técnica de Röse-Gottlieb. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

Anexo 7 – EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.

Resumo do processo:

A amostra é digerida com ácido sulfúrico na presença de um catalisador. Os produtos da reação alcalina são destilados. A ammonia libertada é recolhida numa solução de ácido bórico e depois é efetuada uma titulação com uma solução de ácido sulfúrico, a fim de determinar o teor de azoto e realizar o cálculo do teor de proteína bruta.

Reagentes:

- Pastilhas de Kjeldahl;
- Ácido sulfúrico;
- Acetanilida;
- Ácido bórico;
- Verde bromocresol;
- Vermelho de metilo;
- Hidróxido de sódio;
- Sacarose.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Dispensador;


- Destilador;
- Disgestor.


Tabela 13 - Relatório de auditoria ao método EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b) EN ISO 20483:2013 c) IQ.148 (Índice) – Pasta Cereais, leguminosas e derivados – Normas ISO , Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?		X		A analista não tem a cópia atualizada da norma EN ISO 20483:2013. A analista tinha uma cópia controlada da revisão anterior EN ISO 20483:2006.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º2016/003934 (Farinha). b) Lista de trabalho n.º2016/002362. c) Balança 2F; Digestor 118B; Destilador 50 Dispensador 49D; Sonda 123E associada ao equipamento 118B
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			Os resultados são introduzidos diretamente no LIMS.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ. 13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º118 – Digestor de proteínas. Verificado o IQ.13.2 Ficha de registo do equipamento n.º50 – Destilador. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º49 – Dispensadores. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º123 – Sondas de temperatura – Muflas b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração/verificação afixados.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Equipamento 118B b1) Calibração, verificação realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.75.1 Digestor de proteínas e manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08 Medição e monitorização das temperaturas. Verificado o impresso IQ.176.3A Verificação analítica - digestor. Verificado o impresso IQ.176.2B Verificação analítica - digestor - confirmação. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento. Manutenção: equipamento limpo - OK c1) IQ.176.3A e IQ.176.2B validados em 2013-04-08. d1) OK a2) 123E b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08 Medição e monitorização das temperaturas. c2) NA; d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Dispensador 49D b) Calibração, verificação realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.27.1 Dispensadores. Verificado o impresso IQ. 227.3 - Verificação dos dispensadores. O registo encontra-se atualizado. c) NA d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):	X			a) Balança 2F b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
- Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.1B Verificação interna de balanças – Diário (2016-01-18) OK Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças – Mensal (2016-01-06) OK Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Destilador 50 b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.34.1 Destilador de proteínas. Verificado o impresso IQ. 264.0A Verificação analítica do destilador. Verificado o impresso IQ. 264.0B Verificação analítica do destilador – confirmação. c) IQ.264.0A e IQ.264.0B - Validados em 2013-04-08. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consúmíveis?	X			a1) e b1) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes do verde de bromocresol (lote: 10173754). Verificado o certificado de análises Alfa Aesar sem data de impressão. a2) e b2) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes do vermelho de metilo (lote:

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Existem os certificados de lote?				0000.239157). Verificado o certificado de análises Panreac com a data de impressão de 2012-02-19. a3) e b3) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes do ácido bórico (lote: 14I110012). Verificado o certificado de análises VWR Prolabo com a data de impressão de 2014-12-19. a4) e b4) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (lote: 14H120002). Verificado o certificado de análises VWR Prolabo com a data de impressão de 2014-10-07. a5) e b5) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes para o ácido sulfúrico a 96% (lote: SZB2260V). Verificado o certificado de análises da Sigma com a data de impressão de 2015-08-27. a6) e b6) Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes das pastilhas Kjelhabs (lote: 1040215). Não foi possível verificar certificado de análises. A analista fez o pedido do certificado no impresso IQ. 139.0 Pedido dos certificados de lote em falta em 2015-12-17. a7) e b7) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes da sacarose (lote: SZBD0040V). Verificado o certificado de análises da Sigma com a data de impressão 2013-03-15. a8) e b8) Verificado o IQ. 197.1 Controlo dos reagentes da acetanilida (lote: BCBQ5343V). Verificado o certificado de análises da Sigma com a data de impressão 2015-08-07.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X		Não foram evidenciados os dados da última validação do método.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) e b) Até ao momento da realização deste relatório (2016-02-12) , o boletim analítico referente à amostra acompanhada na auditoria presencial, foi emitido para o cliente (2016-01-28). Neste sentido a auditoria vertical foi

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				realizada à mesma amostra da auditoria presencial. Amostra n.º2016/003934 (Farinha), lista de trabalho n.º2016/002362. c) Boletim analítico n.º 4036/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) OK b) OK c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises. DPCS na lista de trabalho n.º 2016/002102, Turkey Spam.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X		A EN ISO 20483:2013 expressa o teor de azoto, em gramas por 100g, com duas casas decimais, pelo que no sistema LIMS ainda está pela norma anterior, com apenas uma casa decimal. Fórmula: Proteína bruta = $(5,70 \times 10 \times 0,14 \times V3632 \times V3633) / V3631$, onde: V3631 – massa da toma (g) V3632 – título da solução HCl (N) V3633 – volume de HCl gasto no ensaio (ml) Amostra 1: V3631 = 1,0287 V3632 = 0,0983 V3633 = 9,4376 Proteína bruta = $(5,70 \times 10 \times 0,14 \times 0,0983 \times 9,4376) / 1,0287 = 7,2 \text{ g/100g}$ Amostra 2 (duplicado): V3631 = 1,0282 V3632 = 0,0983 V3633 = 9,4258

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18
				Auditora: Olívia Castro
				Método: EN ISO 20483:2013 Cereals and pulses. Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content – Kjeldahl method.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				Proteína bruta = $(5,70 \times 10 \times 0,14 \times 0,0983 \times 9,4258)/1,0282 = 7,2 \text{ g/100g}$ No boletim analítico, o resultado é 7,2 g/100g.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-01-15) IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) OK b) 3 ECI realizados durante o ano de 2015: 2015-05 - Silliker; 2015-11 - Bipea dietéticos e Silliker - OK c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS utilizado é o Turkey Spam (Barcode: PR706-JUN15) b) OK c) RSD = 1,12 < 2% - OK d) OK

ANEXO 8 – NP 1509:1985 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.

Resumo do processo:

Fusão da manteiga pela água em ebulição e titulação dos cloretos da mistura por meio de uma solução de nitrato de prata, utilizando o cromato de potássio como indicador (técnica de Mohr):


Reagentes:


- Solução de cromato de potássio a 5% (isenta de cloretos);
- Solução de nitrato de prata 0,1N.


Aparelhos e utensílios:


- Balança;
- Banho termostaticado;
- Bureta de precisão, pelo menos 25 cm³, graduada;
- Gobelé;
- Matraz, boca larga de 250 cm³;
- Provetas de 10 e 100 cm³, graduadas.


Tabela 14 - Relatório de auditoria ao método NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) NP 1509:1985. Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência. c) IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas Portuguesas – Pasta 1
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista na capa das Normas, com a data 2008-04-15 e registada no IQ.11.3 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º41582 b) Lista de trabalho n.º2016/021702. c) Balança 2F, Bureta de 25 ml, Termómetro 19N.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a1 e b1) IQ.124.0F - Padronização do nitrato de prata. Validado a 2015-09-03.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 2 - Balanças analíticas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 19 - Termómetro. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). Verificado o IQ.13.2 FRE - Material volumétrico calibrado. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Termómetro 19N b1) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação no termómetro 19N: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Maio de 2016, próxima verificação a Maio de 2017 . c1) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d1) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Bureta 25 ml \pm 0,05 ml Calibração efetuada pela NORMALAB no dia 2015-10-07, com o certificado n.º32234, emitido a 2015-10-07, apto em 2015-10-14, próxima calibração em 2018-10. b) NA c) NA d) Ok.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 2F b) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada pela E.I.A - Eletrónica Industrial de Alverca no dia 2016-05-02, com o relatório n.º3241/16, emitido a em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-06-16. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros:			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a) Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/placas de tlc (nitrato de prata, cromato de potássio) . Os registos encontram-se atualizados. b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do cromato de potássio (lote: 16C294149). b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do nitrato de prata (lote: SZBF2820V). b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido nítrico (lote: 15I080503).
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? d) Repetibilidade. e) Precisão intermédia. f) Incerteza.		X(b e c)		a) Definida na Norma. b) e c) Última validação realizada em 2005.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 11815 b) Lista de trabalho n.º2016/007267. c) Boletim analítico n.º16411/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04,

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>				<p>ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	X			<p>a) Fórmula $(5,844 \times V31 \times (V32 - V33))/V34$ V31 - Título do nitrato de prata (N) V32 - Volume gasto no ensaio (ml) V33 - Volume gasto no branco (ml) V34 - Massa da toma (g) Ensaio 1: Teor de cloretos, exp NaCl: $(5,844 \times 0,0998 \times (15,15 - 0,10))/5,0408 = 1,74$ Ensaio 2: Teor de cloretos, exp NaCl: $(5,844 \times 0,0998 \times (15,15 - 0,10))/5,0851 = 1,74$ Média dos Ensaio: $(\text{Ensaio 1} + \text{Ensaio 2})/2 = 1,74 \text{ g/100g}$ b) O resultado é expresso em g/100g de NaCl, com arredondamento a duas casas decimais.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1C. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, da analista encontra-se neste dossier.</p> <p>b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Lara Pimentel (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista está apta para este ensaio desde 2014-02-25).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p>	X			<p>a) Sim</p> <p>b) 2015/03: Fapas (2015/011926); 2015/10: LGC (2015/076250); 2016/02: Fapas (2016/011815).</p> <p>c) NA</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-06-16
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1509 Manteiga. Determinação do teor de cloretos. Processo de referência.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?				
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS é o Butter - FAPAS T25128 (Barcode: PR1156) b) Sim c) NA d) NA

ANEXO 9 – NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.

Resumo do processo:

Agitação de uma toma de manteiga em mistura dissolvente da fase gorda e titulação por intermédio da solução alcalina de hidróxido de sódio.

Reagentes:


- Mistura dissolvente: volumes iguais de éter etílico a 95% e alcoól etílico a 95% a 20°C, neutralizada no momento de utilização com solução aquosa de hidróxido de sódio 0,1N, utilizando fenoftaleína como indicador;
- Solução alcoólica de fenoftaleína: dissolvem-se 2g de fenoftaleína em alcoól etílico a 95% e a 20°C e completar volume de 100 cm³;
- Hidróxido de sódio 0,1N.


Aparelhos e utensílios:


- Agitador mecânico;
- Balança analítica;
- Matraz, boca larga, 250 cm³;
- Bureta de precisão 10 ml \pm 0,02 ml;
- Proveta de 200 cm³.


Tabela 15 - Relatório de auditoria ao método NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			NP 1712:1981 – Manteiga. Determinação de acidez total. - IQ.148 (Índice) – Pasta 1 Laticínios Normas Portuguesas e pasta eletrónica da documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (capa das cópias dos procedimentos), com a data de 2013-10-16 e registada no impresso IQ.11.5 Fotocópia de documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			Acompanhamento realizado no dia 2016-01-18. Foi feita uma simulação do ensaio com amostras que estão a ser utilizadas para a (re)validação do método, pelo que não existe n.º de amostra nem lista de trabalho apenas o IQ.213.0 Relatório – Tratamento de informação com a data de 2016-01-18. Balança 2F; Agitador em orbital 32B; Bureta de precisão 10 ml \pm 0,02 ml
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?			X	Os resultados são submetidos no LIMS.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):	X			Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração/verificação afixados.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Mateiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)				Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas; Verificado o IQ.13.2 FRE n.º32 – Agitar em orbital
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	Não existem equipamentos associados ao parâmetro de temperatura.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são	X			Bureta 10 ml \pm 0,02 – Calibração efetuada em 2015-07-15, pela NORMAX, certificado de calibração n.º31792, emitido em 2015-07-15. Apto a 2015-07-20, próxima calibração a 2018-07. d) O procedimento relativo à Gestão do material volumétrico ainda não se encontra finalizado.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Mateiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. 1) Balança 2F – Calibração no dia 2015-04-16, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, certificado de calibração n.º2015400496/10, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. IQ.199.1B Verificação interna de balanças – Diário – Avaliação OK (dia da realização do ensaio 2016-01-18) IQ.43.2 Verificação interna de balanças – Mensal OK (dia da realização do ensaio Equipamento limpo – OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			Agitador em orbital – Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e manta.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):	X			a) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução éter dietílico (lote: SZBF420V). Verificado o certificado de

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Mateiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? d) Existem os certificados de lote?				análises da SIGMA, com data de impressão de 2015-05-22. b) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução hidróxido de sódio (lote: 14H270070). Verificado o certificado de análises da VWR, com data de impressão de 2015-02-27. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC do hidróxido de sódio. Verificado IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio. c) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução fenoltaleína (lote: 0000.442511). Verificado o certificado de análises da Panreac, com data de impressão de 2013-07-13. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC da fenoltaleína. d) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução etanol absoluto (lote: 15I230530). Verificado o certificado de análises da VWR, com data de impressão de 2015-12-16.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X		A validação do método está desatualizada. Última validação efetuada em 2005.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º2015/087119 b) Lista de trabalho n.º2015/041797 c) Boletim analítico n.º94211/EGI/15
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos?	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Mateiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) O teor de acidez, expresso em ml/100g é dado por: $\text{Acidez} = (100 \cdot V_{35} \cdot V_{36}) / V_{37}$, onde V_{35} – Título do NaOH (N) V_{36} – Volume de NaOH gasto na titulação (ml) V_{37} – Massa da toma (g) Amostra n.º2015/087119 – 1 $\text{Acidez} = (100 \times 1,10 \times 0,1002) / 5,3545 = 2,058 \text{ ml/100g}$ Amostra n.º2015/087119 – 2 $\text{Acidez} = (100 \times 1,10 \times 0,1002) / 5,3335 = 2,066 \text{ ml/100g}$ Média aritmética da amostra e duplicado = $(2,058 + 2,066) / 2 = 2,062 \approx 2,1 \text{ ml/100g}$ b) Os resultados apresentam-se arredondados às décimas - OK. Os resultados são apenas expressos em ml/100g, não sendo evidenciada a solução alcalina utilizada.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			A analista está qualificada para esta determinação. Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. IQ.25.2 Descrição de funções, Isabel Pontes (2015-04-16); IQ.26.0 Lista de competências (2012-09-25)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou	X			Não existem ECI disponíveis para este método. Amostra cega realizada em Janeiro de 2015 e amostra de Dezembro ainda não realizada (ver IQ.257 Matriz de manutenção de competências):

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-01-18 a 2016-01-25
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 1712:1981 Manteiga. Determinação da acidez total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?				
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			A carta atual ainda se encontra em construção (Manteiga comercial. - barcode: PR1157. n.º total de ensaios < 20). Por este motivo foi auditada a carta de controlo anteriormente utilizada (IQ.141 Padrão diário).

ANEXO 10 – NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.

Resumo do processo:

Secagem da manteiga, seguido de carbonização e calcinação à temperatura de 450°C e pesagem do resíduo resultante.

Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Banho termostaticado;
- Cápsulas;
- Estufa de secagem, regulável para $105 \pm 5^\circ\text{C}$;
- Exsicador;


- Mufla;
- Placa de aquecimento.


Tabela 16 – Relatório de auditoria ao método NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) NP 2163:1983 c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta 1 Lacticínios, Normas e Pasta eletrónica de documentação
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista na capa das Normas, com a data de 2009/04/22 e registada no IQ.11.3 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostras n.º21766 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.90.1A com a data de 2016-03-31, na pasta eletrónica. c) Balança 2F, Estufa de esterilização e secagem 14H, Mufla 34B, Placa de Aquecimento 51A
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?			X	a1) e b1) IQ.90.1A validado a 2015-11-19.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 - Balanças analíticas; Verificado o IQ.13.2 FRE n.º14 - Estufa de esterilização e secagem (com circulação de ar forçado); Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 34 – Mufla; Verificado o IQ.13.2 FRE n.º51 - Placas de aquecimento Verificado o IQ.13.2 FRE n.º86 - Sondas de temperatura - Banhos e estufas; Verificado o IQ.13.2 FRE n.º110 - Sonda de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR). Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 122 - Sonda de Temperatura referência – Muflas. Verificado o IQ.13.2 FRE n.º123 - Sondas de Temperatura – Muflas.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) e de verificação afixados.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperatura:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Estufa 14H</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.2 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/40A(*) emitido em 2016-03-01. Apto em 2016-03-03. Próxima calibração a 2016-09. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-02-02 e 2016-03-30.</p> <p>c1) NA; d1) OK</p> <p>a2) Sonda 86CP associada ao equipamento 14H</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CP: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16, apto em 2015-07-24, próxima calibração a 2016-07 e sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.ºLMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28, apto em 2015-07-01, próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Setembro de 2015, próxima verificação a Março de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a3) Mufla 34B</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.1. Muflas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/160 emitido em 2015-05-22. Apto em 2015-05-25. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - últimas manutenções realizadas em 2016-02-17 e 2016-03-22. c1) NA; d1) OK</p> <p>a4) Sonda 123C associada ao equipamento 34B</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CP:</p> <p>sonda 122 calibrada pelo CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apto em 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016 . Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016).</p> <p>a5) Placas de aquecimento 51A</p> <p>b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. c5) NA. d5) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) - Volumes: b) São utilizados os equipamentos adequados? c) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? d) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? e) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 2F b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-03-31, 2016-04-04. Equipamento limpo – OK c) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros:			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	Não existem registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis associados a este método.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.			X	Este método encontra-se em fase de validação.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 11277 b) Não são utilizadas listas de trabalho, os registos encontram-se no IQ.90.1A com a data de 2016-02-29, na pasta eletrónica. c) Boletim analítico n.º13724/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos?	X			a) Ok. b) Ok. c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) O resultado final é calculado no IQ.90.1A e inserido diretamente no LIMS. b) O teor de cinza é expresso em g/100g. O arredondamento é feito com uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) 2015/05: amostra cega (2015/028868) e 2016/02: amostra cega (2016/021766). C) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados?	X			a) O DPCS é a Manteiga comercial (Barcode: PR1158). b) OK. c) NA. d) NA.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-18/19 e 2016-03-29/30
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2163:1983 Manteiga. Determinação do teor de cinza.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

ANEXO 11 – NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta

Resumo do processo:

A matéria orgânica da toma para análise é decomposta por incineração e de seguida, é pesada a cinza obtida.


Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Placa de aquecimento;
- Mufla


Tabela 17 - Relatório de auditoria ao método NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado?	X			a) Sim b) NP ISO 5984:2014


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Está devidamente controlado?				c) IQ.148 (Índice) – Pasta 1 Alimentos para animais – Normas , Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			A analista possui uma cópia controlada da Norma, na capa das normas da analista, com a data de 2015-10-26. Cópia controlada registada no IQ.11.5 – Fotocópias de documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º2016/11136 b) Lista de trabalho n.º2016/006435 c) Balança 2F; Placa de aquecimento 51L; Mufla 34D; Sonda 123B associada ao equipamento 34D
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?			X	Todas as variáveis associadas ao cálculo são introduzidas no LIMS.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)		X(a 5)		a1) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º34 – Mufla. a2) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º51 – Placa de aquecimento. a3) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas. a4) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º123 – Sondas de temperatura – Muflas. a5) Verificado IQ.13.1 FRE n.º122 - Sonda de temperatura referência - Muflas - KO - Constatou-se que este equipamento está registado numa revisão já obsoleta. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA)/verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura:	X			a1) Mufla 34D b1) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08 Medição e monitorização das

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23 Auditora: Olívia Castro Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-24, certificado de calibração n.º LMT201550004261/170 emitido em 2015-05-22. Apto em 2015-05-25. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção verificada em 2016-02-17. c1) NA d) Sim a2) Placa de aquecimento 51L b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01 Agitadores, placas e mantas. Equipamento limpo - OK. c2) NA d2) Sim a3) Sonda 123B associada ao equipamento 34D b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apto em 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK c3) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09 d2) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos,			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 2F b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.1B Verificação interna de balanças Diário – 2016-02-22 Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças Mensal - 2016-02-05. Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	Não existem registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis associados a este método.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.			X	Este método encontra-se em fase de validação.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º324 (matéria prima) b) Lista de trabalho n.º2016/000434 c) Boletim analítico n.º4402/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) OK b) OK c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?	X			a) OK Fórmula: Cinza bruta = ((V4207-V4208)/(V4206)) x 100 V4206 – Massa da toma, em gramas V4207 – Massa da cápsula e da cinza, em gramas V4208 – Massa da cápsula vazia, em gramas

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				<p>Amostra 1: Cinza bruta = $((61,3924 - 61,1100)/(5,0208)) \times 100 = 5,6$</p> <p>Amostra 2: Cinza bruta = $((60,3988 - 60,1137)/(5,0600)) \times 100 = 5,6$</p> <p>b) A cinza bruta é expressa em gramas por 100 gramas. O arredondamento é feito com uma casa decimal,</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). Até à data ainda não sido atribuída a competência a esta analista. O método encontra-se em fase de validação, pelo que não estar a ser emitidos resultados para clientes.
Manutenção de competências: d) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? e) Duas participações por ano? f) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) OK b) OK - Bipea A.A - Novembro 2015 (2015/077121); Bipea A.A - Dezembro 2015 (2015/085671 e 85672); Bipea A.A - Janeiro 2016 (2016/000324). c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): e) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? f) Os registos são corretamente efetuados? g) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? h) As não conformidades geradas por DPCS fora	X			a) O DPCS é o infant cereal (Barcode: PR1174-NOV15). b) OK. c) RSD (temporário) = 0,95% < 2% - OK d) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-22 a 2016-02-23
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

ANEXO 12 – NP 2929:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos

Resumo do processo:

Precipitação dos cloretos por excesso de nitrato de prata e titulação desse excesso com tiocianato de amónio em presença de alúmen férrico.


Reagentes:


- Ácido nítrico;
- Solução de nitrato de prata;
- Solução saturada de sulfato de ferro e amónio;
- Solução de tiocianato de amónio;


Aparelhos e utensílios:


- Placa de aquecimento;
- Balança analítica;
- Bureta graduada em 0,10 ml;
- Conta-minutos.


Tabela 18 - Relatório de auditoria ao método NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b) NP 2929:2009 c) IQ.148 (Índice) – Pasta 1 Pescados e Derivados, Vários, Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais , com a data de 2016-04-14.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º23206 b) Lista de trabalho n.º2016/012611 c) Balança 2F; Placa de aquecimento 51A; Conta-minutos 59AH; Bureta de 10 ml
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a1) e b1) IQ.124.0F Padronização do nitrato de prata - Validado a 2015-09-03. a2) e b2) IQ.124.0I Padronização do tiocianato de amónio - Validado a 2015-09-03.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a1) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º51 – Placa de aquecimento. a2) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas. a3) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º58 – Cronómetro de referência. a4) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º59 - Conta-minutos. a5) Verificado o IQ.13.2 FRE - Material volumétrico calibrado..
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura:	X			a1) Placa de aquecimento 51A b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				c1) NA; d1) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	a1) Bureta 10 ml $\pm 0,02$ b1) Calibração, verificação e manutenção efetuadas de acordo com o PEQ.07 Gestão do Material Volumétrico – Calibração efetuada em 2015-07-15, pela NORMAX, certificado de calibração n.º31792, emitido em 2015-07-15. Apto a 2015-07-20, próxima calibração a 2018-07. c1) e c2) NA. d1) e d2) Sim. a2) Pipeta volumétrica de 20 ml b2) Calibração, verificação e manutenção efetuadas de acordo com o PEQ.07 Gestão do Material Volumétrico Certificado de lote n.º D-15
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações	X			a) Balança 2F b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-04-14. Equipamento limpo – OK.</p> <p>c) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23.</p> <p>d) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>			X	<p>a1) Cronómetro de referência n.º58</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. VERIFICAÇÃO: NA. Equipamento limpo. c1) NA. d1) OK.</p> <p>a2) Cronómetro 59AH</p> <p>b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no PEQ.09 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. Cronómetro de referência utilizado na verificação do cronómetro 59AH. Verificado a 2016-04-29 segundo o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - conta-minutos. Equipamento limpo - OK. c2) NA. d2) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/cons umíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	X			<p>a1) e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido nítrico (lote: 151080503). Verificado o certificado de análises VWR com a data de 2016-02-25.</p> <p>a2) e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do nitrato de prata (lote: SZBF2820V).</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				a3) e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do sulfato de ferro e amónio (lote: 15H250003). a2) Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/placas de tlc (nitrato de prata, tiocianato de amónio e sulfato de ferro e amónio) . Os registos encontram-se atualizados.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.024 - 2015-07-17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º22622. b) Lista de trabalho n.º2016/011993. c) Boletim analítico n.º23259/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) OK b) OK c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?	X			a) $5,85 \times ((V480-V2122) \times V482 - (V481-V2123) \times V483)/V484$ V484 - massa da toma (g) V483 - título do tiocianato (N) V482 - título AgNO3 V481 - Volume tiocianato gasto ensaio (ml) V480 - Volume AgNO3 gasto ensaio (ml) V2123 - Volume tiocianato gasto branco (ml)

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				<p>V2122 - Volume AgNO₃ gasto branco (ml)</p> <p>Ensaio 1: Teor de cloretos, exp NaCl: $(5,85 \times [(20,00 - 20,00) \times 0,0998] - (8,82 - 19,86) \times 0,1000)] / 2,0574 = 3,1391$</p> <p>Ensaio 2: Teor de cloretos, exp NaCl: $(5,85 \times [(20,00 - 20,00) \times 0,0998] - (8,82 - 19,86) \times 0,1000] \times 0,1000)] / 2,0578 = 3,1384$</p> <p>Média dos Ensaio: $(\text{Ensaio 1} + \text{Ensaio 2}) / 2 = 3,13875 \approx 3,1 \text{ g/100g}$</p> <p>b) O resultado é expresso em g/100g de NaCl, com arredondamento a uma casa decimal.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim b) 2015-01: Bipea dietéticos (2015/000387); 2015-04: Amostra cega (2015/022986); 2015-11: Inter2000 (2015/078377) e Bipea dietéticos (2015/076378); 2016-04: Amostra cega (2016/022622). c) NC 106/Q/Dez2015 (aberta em 2015-12-21) - verificada a eficácia em 2016-03-04 - OK.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd)	X			a) O DPCS é o canned tuna - atum em conserva. Barcode: PR1167 b) Sim c) NA d) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-14
				Auditora: Olívia Castro
				Método: NP 2929:2009 Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor em cloretos.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?</p>				

ANEXO 13 – PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total

Resumo do processo:

Secagem da amostra, seguida de carbonização, incineração a uma temperatura de $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ e determinação da massa do resíduo. Nas matrizes com elevado teor de gordura após secagem, a carbonização e a incineração realiza-se após consumo quase total da toma, mediante combustão lenta, obtida por chama acesa em pavio isento de cinza.


Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Placa de aquecimento;
- Mufla;
- Estufa.


Tabela 19 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b1) PAFQ.060.1 de 2008-03-05. b2) PAFQ.060.0 de 2016-01-22. c) IQ.148 (Índice) – Pasta dos PAFQ de FQ e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópias controladas com a analista (na capa das cópias dos procedimentos) , registadas no IQ.11 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais , com as datas de 2008-03-05 e 2016-02-17.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º11508 b) Lista de trabalho n.º2016/006733 c) Balança 2F; Placa de aquecimento 51L; Mufla 34D; Sonda 123B associada ao equipamento 34D
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			a) Os resultados são introduzidos no IQ.90.1A Determinação de cinza. b) IQ.90.1A validado a 2015-11-19.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a1) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º34 – Mufla. a2) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º51 – Placa de aquecimento. a3) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas. a4) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º123 – Sondas de temperatura – Muflas. a5) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º122 - Sonda de temperatura referência - Muflas. a6) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º14 - Estufa de esterilizaçãoe secagem (com circulação de ar forçado). a7) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 86 Sondas de temperatura - Banhos e estufas. a8) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º 110 Sonda de temperatura referência- Banhos e estufas (VWR).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA)/verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (d1; d2; d4; d5)		a1) Mufla 34D b1) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-24, certificado de calibração n.º LMT20155004261/170 emitido em 2015-05-22. Apto em 2015-05-25. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-02-17. c1) NA; d1) O procedimento PEQ.20.0 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente. a2) Sonda 123B associada ao equipamento 34D b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apto em 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01. Data de verificação: Outubro de 2015, próxima verificação a Abril de 2016. Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09 d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente. a3) Placa de aquecimento 51L

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. Equipamento limpo - OK. c3) NA; d3) Sim</p> <p>a4) Estufa 14D</p> <p>b4) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada pelo CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/30 emitido em 2015-12-11. Apto em 2016-01-05. Próxima calibração a 2016-09. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-02-02.</p> <p>c4) NA; d4) O procedimento PEQ.13.1 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p> <p>a5) Sonda 86CJ associada ao equipamento 14D</p> <p>b5) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CJ: sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Data de verificação: Setembro de 2015, próxima verificação a Março de 2016 . Equipamento limpo - OK</p> <p>c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09</p> <p>d5) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 2F b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-02-25 e 2016-02-26 Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças Mensal - 2016-02-05. Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros:			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consúmíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	Não existem registos associados a este ensaio.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			Apesar da validação efetuada para o PAFQ.060.0, estão a ser utilizados os dados da validação do PAFQ.060.1 de 2008.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.			X	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos?			X	Não foi realizada a auditoria vertical pois a alteração da revisão no sistema informático (LIMS) só é efetuada após auditoria IPAC. Até ao momento os resultados são emitidos para cliente pela revisão que se encontra acreditada, ou seja, o PAFQ.060.1.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):				
a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.			X	
Recursos humanos (PGQ.01): c) A documentação dos recursos humanos está atualizada? d) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) A analista está qualificada IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida antes de 2012-06)
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim b) Durante o ano de 2015 a analista participou em 16 ECI, dos quais 1 foi questionável (2015/008864 - ECI Bipea Sumos de 2015-02). Em curso ECI Bipea dietéticos de Fevereiro (amostra n.º 2016/005727), que irá ser realizada com base na nova revisão. c) Sim. NC 448/FQ/Abr2015.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados?			X (c) e (d)	a) O DPCS é o turkey spam (Barcode: PR1164-JUN15). b) OK. c) RSD = 2,72 % > 2% - KO d) Não foi registada a não conformidade relativa ao RSD obtido ser superior ao definido no SOP.08.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-25 a 2016-02-26
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.060.1 Géneros alimentícios. Determinação do teor de cinza total.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?				Os resultados do DPCS que estão a ser introduzidos no zeta correspondem à metodologia referida no PAFQ.060.1. Aquando da realização de amostras (ECI ou amostras cegas) com base no PAFQ.060.0 a analista também realiza o DPCS nestas condições, no entanto, não o regista no zeta, ficando apenas registado no IQ.90.1A.
d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

ANEXO 14 – PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido

Resumo do processo:

Determinação calculada pela diferença entre a massa da embalagem primária fechada, contendo o produto, e a massa da embalagem primária vazia.


Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Balança eletrónica.


Tabela 20 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma:				a) Sim
a) Existe?	X			b) PAFQ.101.2 Determinação do peso líquido de 2016-01-21
b) Está atualizado?				


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
c) Está devidamente controlado?				c) IQ.148 (Índice) –Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas , Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópias controladas com as analista com a data de 2016-02-17 e registada no IQ.11.5 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostras nº 2016/0012645, 2016/0014114 e 2016/0014117 b) Listas de trabalho nº 2016/007277 e 2016/008077 c) Balança analítica 2F, Balanças eletrónicas 39B e 39D
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?	X			Os resultados são introduzidos diretamente no LIMS.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a) Verificado o IQ. 13.2 FRE n.º2 – Balanças analíticas. Verificado o IQ. 13.2 FREo n.º39 – Balanças eletrónicas. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA) afixadas.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X			<p>a1) Balança 2F</p> <p>b1) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/10, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.1B Verificação interna de balanças – Diário (2016-02-29) OK</p> <p>Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças – Mensal (2016-02-05) OK.</p> <p>Equipamento limpo – OK</p> <p>a2) Balança 39B</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			<p>Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03</p> <p>Auditora: Olívia Castro</p> <p>Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.</p>
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/130, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-22, próxima calibração em 2016-04.</p> <p>Verificado o IQ.199.1B Verificação interna de balanças – Diário (2016-03-03) OK</p> <p>Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças – Mensal (2016-02-05) OK</p> <p>Equipamento limpo – OK</p> <p>a3) Balança 39D</p> <p>b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/70, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-22, próxima calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.1B Verificação interna de balanças – Diário (2016-03-03) OK</p> <p>Verificado o IQ.43.2 Verificação interna de balanças – Mensal (2016-02-05) OK</p> <p>Equipamento limpo – OK</p> <p>c1, c2, c3) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06</p> <p>IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16.</p> <p>d1, d2, d3) OK</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e</p>			<p>X</p>	<p>Não existem equipamentos associados a este parâmetro.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	Não existem registos associados a este ensaio.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			Apesar da validação efetuada para o PAFQ.101.2, estão a ser utilizados os dados da validação do PAFQ.101.1 de 2015.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			A auditoria vertical foi realizada às mesmas amostras da auditoria presencial. a) Amostras nº 2016/0012645, 2016/0014114 e 2016/0014117 b) Listas de trabalho nº 2016/007277 e 2016/008077 c) Boletins analíticos n.º 12641/EGI/6, 12639/EGI/16 e 12639/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) OK b) OK c) A analista realiza ensaios em duplicado como definido no procedimento PCQ.04, ponto 6.3 Duplicados - São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total das análises.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):	X			a1) Foi verificado o teste de fórmulas no LIMS para a amostra 2016/012645: V4246: Massa da embalagem fechada

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>				<p>V4199: Massa da embalagem vazia Peso líquido= V4246-V4199 Peso líquido= 0,4185-0,0731=0,3454 OK Resultado final: 0,3454 g OK</p> <p>b1) O resultado final é expresso em gramas e arredondado as décimas milésimas para valores entre (0,2000 e 1,9999) g, como descrito no procedimento PAFQ.101.2.</p> <p>a2) Foi verificado o teste de fórmulas no LIMS para a amostra 2016/014114: V4246: Massa da embalagem fechada V4199: Massa da embalagem vazia Peso líquido= V4246-V4199 Peso líquido= 12,31-3,40=8,91 OK Resultado final: 8,91 g OK</p> <p>b2) O resultado final é expresso em gramas e arredondado às centésimas para valores entre (2,00 e 14,99) g, como descrito no procedimento PAFQ.101.2.</p> <p>a3) Foi verificado o teste de fórmulas no LIMS para a amostra 2016/014117: V4246: Massa da embalagem fechada V4199: Massa da embalagem vazia Peso líquido= V4246-V4199 Peso líquido= 207,6-6,9=200,7 OK Resultado final: 200,7 g OK</p> <p>b3) O resultado final é expresso em gramas e arredondado as décimas para valores entre (15,0 e 8200,0) g, como descrito no procedimento PAFQ.101.2.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	X			<p>a) Isabel Silva - Pasta de recursos humanos 1A. Toda a informação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. Elisabete - Pasta de recursos humanos 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier.</p> <p>b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16) Isabel Silva - IQ.26.0 - Competência adquirida antes de junho de 2012.</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-26 a 2016-03-03
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.101.2 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				Elisabete - A competência apenas vai ser atribuída após conclusão desta auditoria.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?			X	Não existem ensaios de comparação interlaboratorial ou amostras cegas.
Daily Process Control Samples (DPCS): e) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? f) Os registos são corretamente efetuados? g) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? h) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?			X	Não existem DPC'S associados a este método de ensaio.

ANEXO 15 – PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas

Resumo do processo:

Pesagem do produto sólido contido na embalagem após o escorrimento do meio de cobertura, por meio de um peneiro.

Reagentes:


NA.


Aparelhos e utensílios:


- Balança eletrónica;
- Peneiro circular com abertura de malha de 2,8 mm e diâmetro de 20 cm;
- Conta-minutos.


Tabela 21 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b) PAFQ.140.0 Determinação do peso escorrido em conservas de 2016-02-17 c) IQ.148 (Índice) –Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas , Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (Capa Preparação das Amostras) com a data de 2016-02-17 e registada no IQ.11.5 – Fotocópias e documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º11777; Amostra n.º11780; Amostra n.º11782; Amostra n.º11784 b) Lista de trabalho n.º2016/006827 c) Balança 39D; Peneiro circular com abertura de malha de 2,8 mm e diâmetro de 20 cm; Conta-minutos 59AF
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?			X	Os resultados são introduzidos diretamente no LIMS.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)		X(a3)		a1) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º39 – Balanças eletrónicas - OK a2) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º59 – Contaminutos - OK a3) Verificado IQ.13.1 FRE n.º58 - Cronómetro de referência - KO - Constatou-se que este equipamento está registado numa revisão já obsoleta. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e o equipamneto n.º 58 com a etiqueta de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos,			X	Não existem equipamentos associados a este parâmetro.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Balança 39D b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibrada pelo CATIM em 2015-04-16, certificado de calibração n.º20154000496/70 emitido em 2015-04-18. Apto em 2015-04-23. Próxima calibração a 2016-03. Registo de verificação diárias OK (24-02-2016) Registo de verificação mensal OK (05-02-2016) Equipamento limpo – OK c) IQ.43.2 - Validado em 2013-05-06 IQ.199.1B - Validado em 2012-02-16. d) OK
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são		X(d2 e d3)		a1) Peneiro circular com abertura de malha de 2,8 mm e diâmetro de 20 cm. b1) NA. c1) NA. d1) NA a2) Cronómetro de referência n.º 58 b2) Calibrada pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Verificação: NA. Equipamento limpo. c2) NA. d2) O procedimento relativo a este equipamento PCE.12.6 Cronómetro de referência de 2008-04-01, não se encontra atualizado perante a metodologia que é realizada pelo laboratório. Não evidencia a metodologia para a utilização, verificação e manutenção do

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
efetuadas de acordo com o procedimento?				equipamento. A calibração está descrita como sendo realizada trianualmente, quando na realidade é realizada anualmente. a3) Conta-minutos 59AF b3) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento no PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos. Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58. Verificado em 2015-09-25 (IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos); Equipamento limpo – OK; c3) NA; d3) O procedimento relativo a este equipamento PCE.15.4 de 2005-04-04, não se encontra atualizado perante a metodolgia que é realizada pelo laboratório. Em falta encontra-se a metodologia da utilização e manutenção do equipamento.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	Não existem reagentes/soluções/consumíveis associados a este método de ensaio.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			O método encontra-se validado.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º11777 b) Lista de trabalho n.º2016/006827 c) Boletim analítico N.º10591/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do	X			a) Sim b) NA c) NA

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?				
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Não existe fórmula de cálculo associada a este método. Resultado encontra-se por leitura. b) Os resultados apresentam-se expressos em gramas e arredondados às décimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1A. Toda a informação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Esta analista encontra-se em fase de validação. Até à data ainda não tinha sido atribuída a competência).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?			X	Não existem ensaios de comparação interlaboratorial ou amostras cegas.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?			X	Não existem DPC'S associados a este método de ensaio.

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-02-24
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.140.0 Géneros alimentícios. Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?				

ANEXO 15 – PAFQ.136.0 Géneros alimentícios. Determinação do ácido benzóico e de ácido sórbico. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).

Resumo do processo:

A amostra é extraída ou diluída com água. Sempre que necessário a solução da amostra é clarificada com reagentes de *Carrez*, ou purificada numa coluna de extração em fase sólida. Os conservantes presentes na amostra são separados por HPLC, numa coluna de fase inversa C18, e determinados espectrofotometricamente no comprimento de onda de 227 nm.

Reagentes:

- Etanol;
- Acetato de amónio;
- Ácido sórbico;
- Ácido benzóico;
- Metanol;
- Ácido acético glacial;
- Soluções de Carrez I e Carrez II;

Aparelhos e utensílios:

- Balança analítica;
- Sistema HPLC UV/Vis
- Conta-minutos.

ANEXO 16 – PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação da vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC)

Resumo do processo:

Extração da vitamina C com uma solução de ácido metafosfórico e redução do ácido L(+)-dehidroascórbico a ácido L(+)-ascórbico com uma solução de L-cisteína. A totalidade de ácido L(+)-ascórbico presente na amostra é quantificada por cromatografia líquida de alta resolução com detetor de UV/VIS a 265 nm.

Reagentes:


- Ácido metafosfórico;
- Fosfato de sódio dodecahidratado;
- Dihidrogenofosfato de potássio;
- L-cisteína;
- Brometo de hexadeciltrimetilamónio;
- Metanol;
- Ácido ascórbico;


Aparelhos e utensílios:


- Balança analítica;
- Frigorífico;
- Estufa refrigeradora;
- Potenciómetro;
- Sistema HPLC UV/VIS;
- Conta-minutos;
- Micropipeta;


- Centrífuga.


Tabela 22 - Relatório de auditoria ao método PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim b) PAFQ.038.0 de 2016-03-30. c) IQ.148.1 (Índice) – Pasta dos PAFQ de FQ e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias dos procedimentos) , registadas no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais , com a data de 2016-03-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Verificado durante a auditoria.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Na data da auditoria, não havendo amostras de cliente para analisar/auditar, foram auditadas as amostras que estão a ser realizadas na (re)validação do método, pelo que não existe n.º de amostra nem lista de trabalho (leite em pó). b) Não existem listas de trabalho para este método. Os registos são efetuados no IQ.206.0H Registos primários MIA - Vitamina C. c) Frigorífico 35A (sondas 191J); Balanças 2D e 38C; Estufa refrigerada 125; Potenciómetro 24A; Eléctrodo 159T; Sistema HPLC UV/Vis 99; Cronómetro 59X; Micropipeta 82AD;Centrífuga 31B
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Existem impressos com cálculos automáticos, estão devidamente validados?		X(b5 e b6)		a1) e b1) Verificado o IQ.76.0AS Reta de calibração da vitamina C - Validado a 2016-02-18. a2) e b2) Verificado o IQ.77.2 Controlo dos declives - Validado a 2009-01-05. a3) e b3) Verificado o IQ. 114.2 Validação do padrão de menor concentração - Validado a 2009-08-04. a4) e b4) Verificado o IQ. 83.2 Validação dos limiares analíticos - Validado a 2009-08-04. a5) e b5) Verificado o IQ.166 Soluções de referência para a construção da reta de


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				calibração - Até à data da auditoria este impresso ainda não se encontrava validado. a6) e b6) Verificado o IQ.167A Concentração das soluções de referência para HPLC - mg - Até à data da auditoria este impresso ainda não se encontrava validado.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável)	X			a1) Verificado o IQ.13.FRE n.º102 – Sonda digital de frio - referência. a2) Verificado o IQ.13.2 FRE o n.º159 – Eléktrods. a3) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º191 – Sonda digital de frio. a4) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º110 – Sondas de temperatura referência - Banhos e estufas (VWR) a5) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º.125 - Estufa refrigeradora. a6) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º98 - Sistema HPLC - 1100/1200 - Agilent Technologies - UV/Vis. a7) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º38 - Balanças analíticas de precisão. a8) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º24 - Potenciómetro. a9) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º35 - Frigorífico. a10) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º82 - Micropipetas - Química. a11) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º59 - Contaminutos. a12) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º58 - Cronómetro de referência. a13) Verificado o IQ.13.2 FRE n.º2 - Balanças analíticas. a14) Verificado IQ.13.2 FRE n.º31 Centrífuga. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados e com as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA)/verificação afixados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperatura: a) São utilizados os equipamentos adequados?		X(d1, d2, d3 e d4)		a1) Estufa refrigeradora 125 b1) Utilização, calibração e verificação realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Calibrada


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?				pelo CATIM em 2015-04-23, certificado de calibração n.º LMT20155004261/240 emitido em 2015-05-22. Apto em 2015-05-25. Próxima calibração a 2016-04. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção verificada em 2016-03-30. c1) NA. d1) O procedimento PEQ.13.1 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016). a2) Sonda 86BN associada ao equipamento 125 b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Data de verificação: Setembro de 2015, próxima verificação a Março de 2016. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016). a3) Frigorífico 35A b3) Utilização, calibração e verificação realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas.


	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>Calibração: NA. Verificação: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, os registos encontram-se atualizados. Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada no dia da auditoria.</p> <p>c3) NA. d3) O procedimento PEQ.14.1 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente.</p> <p>a4) Sonda 191J associadas ao equipamento 35A</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.2 Medição e monitorização das temperaturas. Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191J: sonda 102D calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.ºLMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apto a 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07. Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B), os registos encontram-se atualizados. Data de verificação: Setembro de 2015, próxima verificação a Março de 2016. Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) O procedimento PCE.08.2 refere que a verificação é realizada semestralmente, no entanto, esta é realizada, desde 2016-01, anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 244/Q/Abr2016)..</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se</p>		X(d2)		<p>a1) Material volumétrico classe A.</p> <p>b1) Certificados de lote:</p> <p>Balão volumétrico 10 ml - E-12 - OK</p> <p>Balão volumétrico 50 ml - A-15 - OK</p> <p>Balão volumétrico 100 ml - A-15 - OK</p> <p>Balão volumétrico 500 ml - D-13 - OK</p> <p>Balão volumétrico 1000 ml - D14 - OK</p> <p>Apenas foi rastreado um lote de cada material utilizado.</p> <p>a2) Micropipeta 82AD</p>


	Relatório de auditoria técnica - Química	Data da auditoria: 2016-04-01		
		Auditora: Olívia Castro		
		Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).		
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>				<p>b2) CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-01-29, certificado de calibração n.º02686.02, emitido pelo FRILABO em 2016-01-29, apto em 2016-02-01, próxima calibração em 2016-05. Verificado o impresso IQ.45.0 Verificação diária das micropipetas - Química e Ambiente. Os registos encontram-se atualizados. c2) IQ.45.0 - Validado em 2015-12-14. d2) Constatou-se que o procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, de 2009-01-05 não se encontra atualizado, ou seja, não define as metodologias de calibração e verificação atualmente utilizadas pelo laboratório.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2D</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/80-1, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima calibração em 2016-04. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-04-01. Equipamento limpo – OK</p> <p>c1 e c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Desde o dia 2016-02-24 a balança 2D é verificada, diariamente, com as massas de 5mg, 1 g, 10 g e 100 g, ou seja, acresceu a verificação da massa de 1 g. Desde 2016-03 não é realizada a verificação mensal das balanças. Até à data da auditoria estas constatações ainda não tinham sido efetuadas no procedimento PEQ.36 (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 245/Q/Abr2016).</p> <p>a2) Balança 38C</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.1 Instrumentos de pesagem. Calibração efetuada no dia 2015-04-16, certificado de calibração n.º2015400496/100, emitido pelo CATIM em 2015-04-18, apto em 2015-04-23, próxima</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química	Data da auditoria: 2016-04-01		
		Auditora: Olívia Castro		
		Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).		
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				calibração em 2016-04. Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2016-04-01.Equipamento limpo – OK d2) Desde 2016-03 não é realizada a verificação mensal das balanças. Até à data da auditoria estas constatações ainda não tinham sido efetuadas no procedimento PEQ.36 (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 245/Q/Abr2016).
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X(d5 e d6)		a1) Sistema HPLC 98 UV/Vis b1) Utilização, verificação e manutenção realizada de acordo com o definido nos procedimentos PEQ.32.0 Detetores de MIA, PEQ.68.0 Bombas HPLC e PME.41.0 Bombas de HPLC (Agilent). c1) NA. d1) OK. a2) Potenciómetro 24A b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.2 Potenciómetro. Calibração efetuada pela SOQUIMICA no dia 2015-09-16, certificado de calibração n.º15.09.1017. Apto em 2015-09-24. Próxima calibração: 2016-09. Verificado o IQ.50.8 Controlo dos parâmetros da reta de calibração - OK. Verificado o IQ.268.1 Controlo do declive da reta de calibração - Potenciómetro - OK. Verificado o IQ.156.5 Verificação do potenciómetro - OK. Manutenção: Equipamento limpo - OK. c2) IQ.268.1 - Validado a 2013-10-09 (revisão 0). d2) OK. a3) Eléctrodo 159T b3) Manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.2 Potenciómetro. Equipamento limpo - OK. c3) NA. d3) OK. a4) Centrífuga 31C b4) Utilização, calibração e verificação realizadas de acordo com o PEQ.08.0 Centrífuga.Calibração efetuada pelo CATIM

	<p>Relatório de auditoria técnica - Química</p>	Data da auditoria: 2016-04-01		
		Auditora: Olívia Castro		
		Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).		
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
				<p>no dia 2015-04-29, certificado de calibração n.ºLMT20155004261/40. Apto em 2015-05-25. Próxima calibração: 2016-04. Manutenção: Equipamento limpo - OK. c4) NA. d4) OK.</p> <p>a5) Cronómetro de referência n.º58</p> <p>b5) Calibrado pelo CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.ºLMGE201550006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Verificação: NA. Equipamento limpo. c5) NA. d5) KO - O procedimento relativo a este equipamento, PCE.12.6 Cronómetro de referência de 2008-04-01, não se encontra atualizado perante a metodologia que é realizada pelo laboratório. Não evidencia a metodologia para a utilização, verificação e manutenção do equipamento. A calibração está descrita como sendo realizada trianualmente, quando na realidade é realizada anualmente (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 169/Q/Mar2016).</p> <p>a6) Cronómetro 59X</p> <p>b6) Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.15.4 Cronómetro e conta-minutos. Cronómetro de referência utilizado na verificação do cronómetro 59X. Verificado a 2016-01-27 segundo o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - conta-minutos. Equipamento limpo - OK. c6) NA. d6) KO - O procedimento relativo a este equipamento PCE.15.4 de 2005-04-04, não se encontra atualizado perante a metodolgia que é realizada pelo laboratório. Em falta encontra-se a metodologia da utilização e manutenção do equipamento (não conformidade já detetada e registada para outro ensaio - ver NC 169/Q/Mar2016).</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	X			<p>a1 e b1) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido metafosfórico (lote: 14F030032). Verificado o certificado de análises Prolabo com data de 2014-09-17. a2 e b2) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do fosfato de sódio dodecahidratado (lote: 14F300003). Verificado o certificado de análises Prolabo com a data de 2015-08-28. a3 e b3) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do dihidrogenofosfato de potássio (lote: AO383173212). Verificado o IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta. a4 e b4) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do L-Cisteína (lote: 2965C203). Verificado o certificado de análises Amresco com a data de 2014-12-18. a5 e b5) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do brometo de hexadeciltrimetilamónio (lote: SLBK3798V). Verificado o certificado de análises Sigma com a data de 2014-05-23. a6 e b6) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do metanol (lote: 15G270514). Verificado o certificado de análises Prolabo com data de 2015-10-27. a7 e b7) Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido ascórbico (lote:15D090013). Verificado o certificado de análises Prolabo com a data de 2015-10-07 a8 e b8) Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis da coluna 12V HPLC (lote: 0184351911). Verificado o certificado Waters com a data de 2016-02-17</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>		X		<p>Não foram evidenciados os dados de validação para produtos hortícolas e derivados, pratos cozinhados, pescado e derivados, suplementos e frutos e derivados. Não há evidências da aplicabilidade do método ao extremo da gama 29,9 g/100 g. O limiar analítico apresentado (5,0 mg/100 g) não está adequado para todas as matrizes</p>

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01															
				Auditora: Olívia Castro															
				Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).															
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS															
				analisadas de acordo com a tabela 2 - Massas da toma utilizadas.															
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º2016/006294. b) Lista de trabalho n.º2016/006031. c) Boletim analítico n.º10828/EGI/16.															
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável): a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Os registos relativos às massas são efetuados no IQ.206.0H Registos primários MIA - Vitamina C. b) NA. c) NA.															
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): c) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? d) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Os cálculos encontram-se no IQ.76.0AS Reta de calibração da vitamina C. Impresso validado. <table border="1"><thead><tr><th>De</th><th>Até</th><th>Número de casas decimais</th></tr></thead><tbody><tr><td>5,0 mg/100 g</td><td>29,9 mg/100 g</td><td>1</td></tr><tr><td>30 mg/100 g</td><td>299 mg/100 g</td><td>0</td></tr><tr><td>0,30 g/100 g</td><td>2,99 g/100 g</td><td>2</td></tr><tr><td>3,0 g/100 g</td><td>29,9 g/100 g</td><td>1</td></tr></tbody></table> b)	De	Até	Número de casas decimais	5,0 mg/100 g	29,9 mg/100 g	1	30 mg/100 g	299 mg/100 g	0	0,30 g/100 g	2,99 g/100 g	2	3,0 g/100 g	29,9 g/100 g	1
De	Até	Número de casas decimais																	
5,0 mg/100 g	29,9 mg/100 g	1																	
30 mg/100 g	299 mg/100 g	0																	
0,30 g/100 g	2,99 g/100 g	2																	
3,0 g/100 g	29,9 g/100 g	1																	
Recursos humanos (PGQ.01): c) A documentação dos recursos humanos está atualizada? d) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Sim. Pasta 1B. Toda a documentação referida no PGQ.01 Gestão de recursos humanos, encontra-se neste dossier. b) IQ.25.2 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26.0 Lista de competências (Competência adquirida anterior a 2012-06).															
Manutenção de competências:	X			a) OK															

	Relatório de auditoria técnica - Química			Data da auditoria: 2016-04-01
				Auditora: Olívia Castro Método: PAFQ.038.0 Géneros alimentícios. Determinação de vitamina C. Método por cromatografia líquida de alta resolução (HPLC).
ITEM	C	NC	NA	COMENTÁRIOS
d) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? e) Duas participações por ano? f) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?				b) OK. Durante o ano de 2015 a analista participou em 3 circuitos BIPEA Sumos de fruta, 3 circuitos Bipea Dietéticos e 1 circuito da Silliker. Os 7 resultados foram aceitáveis. C) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): e) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? f) Os registos são corretamente efetuados? g) O Z-score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? h) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendência estão registadas e tratadas?	X			a) O DPCS é o infant cereal (Barcode: PR042-NOV15). b) OK c) RSD temporário = 5,46% <10% - OK d) NA